

DLR-IB-FA-BS-2016-242

**Methodenentwicklung zur
Charakterisierung von Anti-Icing-
Oberflächen**

Diplomarbeit

Jan Rennies
Sebastian Geier
Thorsten Mahrholz
Michael Sinapius



DLR

**Deutsches Zentrum
für Luft- und Raumfahrt**

Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

DLR-IB-FA-BS-2016-242

**Methodenentwicklung zur Charakterisierung
von anti-Icing-Oberflächen**

Zugänglichkeit:

Stufe 2

Braunschweig, *Oktober 2016*

Institutsleiter:

Prof. Dr.-Ing. M. Wiedemann

Abteilungsleiter:

Dr.-Ing. Peter Wierach

Der Bericht umfasst: 106 Seiten

Autoren: Jan Rennies

Betreuer:
Sebastian Geier,

Dr. Thorsten Mahrholz,

Prof. Michael Sinapius;



**Deutsches Zentrum
für Luft- und Raumfahrt**



Diplomarbeit

für

Herrn Jan Rennies

Matr. Nr. 2948094

Thema:

Methodenentwicklung zur Charakterisierung von Anti-Icing-Oberflächen

Das Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik (FA) besitzt Kompetenzen und umfangreiche Erfahrungen entlang der gesamten Prozesskette für Faserverbundstrukturen von der Materialauswahl über die Auslegung und Konstruktion bis zur Fertigung im industriellen Maßstab. Das Institut verfügt über Anlagentechnologien zur Herstellung von sehr großen Faserverbundstrukturen, als auch über die erforderliche Prüftechnik. Einen Schwerpunkt bildet die Entwicklung von Rotorblättern für Windkraftanlagen, sowie die Entwicklung von flexiblen Flügelvorderkanten. In diesem Zusammenhang sind zunehmend auch Oberflächeneffekte der Bauteile zu betrachten, um die aerodynamische Güte und damit auch strukturelle Zusatzlasten zu reduzieren. Insbesondere Anti-Icing-Systeme stehen im Fokus der Forschung, wobei neben aktiven vor allem die kostengünstigeren passiven Systeme oder Kombinationen betrachtet werden. Diverse Vorarbeiten, als auch die Inbetriebnahme eines Vereisungskanals an einem Partnerinstitut bilden die Voraussetzung für die erfolgreiche Entwicklung von Anti-Icing-Systemen.

Aufgabenstellung:

Den Schwerpunkt der Arbeit bildet die Untersuchung und Integration von funktionellen Oberflächenschichten, die einer Eisbildung auf Strukturen der Luftfahrt und der Windkraftanlagen entgegenwirken oder zumindest deren Adhäsionskräfte drastisch reduzieren. Als Materialien kommen hierbei unterschiedlichste Lacke, genauso wie hierarchisch strukturierte Oberflächen zum Einsatz, die mittels mehrerer Methoden (REM, Kontaktwinkelmessung, Abscherversuch etc.) charakterisiert werden sollen. In Vereisungstests, die unter betriebsrelevanten Testbedingungen im Eiskanal erfolgen, werden Oberflächen konditioniert und anschließend die Eishaftkräfte quantifiziert. Im Focus der Arbeit steht die Qualifizierung einer neuartigen Testprozedur zur Bestimmung der Eishaftkräfte, sowie die Identifizierung von Vereisungsmechanismen und der adhäsionsrelevanten Parameter. Optional sind auch Simulationsversuche zum Verständnis des Wirkmechanismus und zur Optimierung der Oberflächeneigenschaften denkbar.

Arbeitsinhalte:

- Literaturrecherche zu Anti-Icing-Systemen und deren Qualifizierungsmethoden;
- Modifikation (Konstruktion/Auslegung) eines bestehenden Prüfstands zur Bestimmung von Eishaftkräften. Eventuell Implementierung von Sensorik;
- Aufbau des modifizierten Prüfstands und Durchführung von Versuchen
- Systematische Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften und Identifizierung von Einflussparametern und Wirkmechanismen für verschiedene Oberflächenbeschichtungen;
- Dokumentation und Interpretation der Ergebnisse;

Die Diplomarbeit wird am Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V. (DLR), Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik, in Braunschweig durchgeführt und seitens des DLR von Herrn Dr. rer. nat. Thorsten Mahrholz und Dipl.-Ing. Sebastian Geier betreut.

Für Planung, Berechnung, Fertigung, Untersuchungen und Dokumentation können Labore, Werkzeuge, Einrichtungen, Programme und Rechenanlagen des DLR benutzt werden. Die Unterstützung durch das Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik umfaßt die Beratung sowie Hilfe bei der Einarbeitung in die Theorie und Praxis. Die Ergebnisse sind entsprechend dem Fortschritt der Arbeit, mindestens aber einmal wöchentlich mit dem Betreuer abzusprechen.

Die Betreuung seitens des Instituts für Adaptronik und Funktionsintegration wird von Herrn Dr.-Ing. Naser Al Natsheh wahrgenommen.

Änderungen der Aufgabenstellung sind nur mit Zustimmung des IAF möglich. Die Arbeit muss in zweifacher gebundener und elektronischer Ausführung im Geschäftszimmer des IAF abgegeben werden.

Hiermit bestätige ich den Empfang der Aufgabenstellung:

J. Renuier

Student

Bearbeitungszeit: 6 Monate

Ausgegeben am: 15.01.2016

Abgegeben am:

Michael Sinapius

Prof. Dr.-Ing. Michael Sinapius

Abstract

In der Luftfahrt und der Windkraftindustrie sind die technischen Maßnahmen, die die Vereisung von den der Natur ausgesetzten Bauteilen verhindern aus Sicherheits- und Effizienzgründen von großem Interesse. Die Forschung im Bereich der Anti-Icing-Systeme beschäftigt sich mit der Entwicklung von technischen Maßnahmen, die der Vereisung einer Oberfläche entgegenwirken oder die Haftkraft, mit der eine Eisschicht an einer einmal vereisten Oberfläche anhaftet möglichst stark zu reduzieren, sodass nur ein minimaler Energiebedarf zur Entfernung einer solchen Eisschicht aufgewendet werden muss.

Zur Bewertung der Wirksamkeit einer Anti-Icing-Technologie ist eine zuverlässige Bestimmung der Eishaftkraft notwendig. Eine einheitliche oder standardisierte Methode zur Eishaftkraftbestimmung auf Anti-Icing-Oberflächen existiert derzeit nicht. Dies führt dazu, dass zur Charakterisierung von Anti-Icing-Oberflächen durchgeführte Untersuchungen von Studie zu Studie bei ähnlichen Oberflächen verschiedene Messwerte liefern.

In dieser Arbeit wird eine Methode zur Eishaftkraftbestimmung analysiert und in Bezug auf die zu wählenden Randbedingungen optimiert, bei der die vereisten Testoberflächen mit Hilfe einer Zentrifuge unter Aufbringung einer Schubspannung enteist werden.

Es konnte gezeigt werden, dass diese Methode unter den gewählten Versuchsparametern miteinander vergleichbare Messwerte bei der Eishaftkraftbestimmung liefern kann.

Die Charakterisierung einer Auswahl unterschiedliche Anti-Icing-Oberflächen zeigt durch die Eishaftkraftmessung mit der gewählten Methode für Oberflächen mit geringer Rauigkeit eine Korrelation zwischen Hydrophobie und Eisadhäsion. Für diese Oberflächen wurde bei steigender Hydrophobie eine Verringerung der Eishaftkraft beobachtet. Besonders ausgeprägte Anti-Icing-Eigenschaften konnten bei einer elastischen Oberfläche auf Silikonbasis ermittelt werden.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	I
Abkürzungsverzeichnis.....	III
Symbolverzeichnis	IV
Abbildungsverzeichnis.....	V
Tabellenverzeichnis.....	VIII
1 Einleitung	1
2 Zielsetzung und Vorgehen.....	4
3 Theoretische Grundlagen.....	6
3.1 Eisarten.....	6
3.2 Benetzungsverhalten von Festkörperoberflächen.....	11
3.3 Eisadhäsion.....	14
4 Stand der Technik	16
4.1 Anti-Icing-Strategien.....	16
4.2 Methoden zur Untersuchung des Vereisungsverhaltens von Oberflächen	17
4.2.1 Hydrophobe Eigenschaften	17
4.2.1.1 Kontaktwinkelmessung.....	17
4.2.1.2 Rauigkeitsmessung.....	19
4.2.2 Eisadhäsion	22
4.2.2.1 Scherversuche zur Ermittlung der Eishafthräfte.....	22
4.2.2.2 Biegeversuche zur Ermittlung der Eishafthräfte.....	25
4.2.2.3 Untersuchung der Eishafthräfte mittels Zentrifugenteststand.....	26
4.2.3 Optische Analyse der Oberflächen	28
5 Material und Methodenauswahl.....	29
5.1 Versuchsparameter der Kontaktwinkelmessung.....	29
5.2 Vereisungsversuche.....	33
5.3 Ermittlung der Scherspannungen im Zentrifugenteststand	42
5.3.1 Aufbau des Teststands.....	42

5.3.2	Optimierung des Teststands.....	45
5.3.3	Anpassung der Probengeometrie	46
5.3.4	Versuchsablauf	49
5.3.5	Bestimmung und Optimierung der Versuchsparameter	50
5.3.6	Evaluierung des Testverfahrens	58
5.4	Testoberflächen und Auswahlkriterien.....	61
6	Ergebnisse	64
6.1	Hydrophobe Eigenschaften und Auswahl der Testoberflächen.....	65
6.2	Analyse der Oberflächenstrukturen	70
6.3	Quantifizierung der Eishaftrkräfte	73
6.4	Statistischer Zusammenhang zwischen Hydrophobie, Hydrophilie und Eisadhäsion 77	
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	81
	Literaturverzeichnis	84
	Anhang.....	89

Abkürzungsverzeichnis

APU..... *Auxiliary Power Unit*

CVD..... *chemical vapour deposition*

DLR..... *Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt*

IAF..... *Institut für Adaptronik und Funktionsintegration*

IGB..... *Fraunhofer Institut für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik*

IST..... *Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik*

LWC..... *Liquid Water Content*

Ma%..... *Massenprozent*

MVD..... *mean volumetric diameter*

REM..... *Rasterelektronenmikroskop*

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Fläche	m ²
F	Kraft	N
F_{Scher}	Scherkraft	N
g	Erdbeschleunigung	m/s ²
l_r	Gesamtlänge Messstrecke	μm
l_i	Einzelmessstrecken	μm
m	Masse des Eises	kg
n	Drehzahl	1/min
r	Radius	m
R_a	arithmetischer Mittelrauwert	μm
R_{max}	maximale Einzelrautiefe	μm
R_q	quadratischer Mittelrauwert	μm
R_z	gemittelte Rautiefe	μm
$R_z(i)$	Rautiefen der Einzelmessstrecken/ Differenz aus höchster Profilspitze und tiefstem Profiltal in der Einzelmessstrecke	μm
z	Höhenwerte	μm
ρ	Dichte	kg/m ³
θ	Kontaktwinkel	°
γ_{LA}	Grenzflächenspannung Gas/Flüssig	N/m
γ_{SA}	Grenzflächenspannung Fest/Gas	N/m
γ_{SL}	Grenzflächenspannung Fest/Flüssig	N/m
ω	Winkelgeschwindigkeit	rad/s
τ	Schubspannung	N/m ²
κ^{-1}	Kapillarlänge	mm
γ	Oberflächenspannung Wasser	N/m
λ_c	Grenzwellenlänge	

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Statistik wetterbedingter Flugunfälle 1957-2007 [2].....	2
Abbildung 2: CAD-Zeichnung der Zentrifuge zur Ermittlung von Eishafthkräften am Institut für Adaptronik und Funktionsintegration der TU Braunschweig.....	5
Abbildung 3: Phasendiagramm von Eis mit der Kristallmodifikation in Abhängigkeit von Temperatur und Druck [9].....	6
Abbildung 4: Kristallgitter von Ih-Eis: Basisebene (Abgebildet sind nur die Sauerstoffatome)	7
Abbildung 5: Sechseckiges Prisma eines Eiskristalls in Platten- und Stäbchenform [8]	7
Abbildung 6: Raueisablagerungen an einer Flügelvorderkante [13]	9
Abbildung 7: Klareisablagerungen an einer Flügelvorderkante	9
Abbildung 8: Eisschichtgeometrie von Raueis (links), Klareis (mitte) und Mischeis (rechts) an einer Flügelvorderkante [12] [14]	10
Abbildung 9: Relative Häufigkeit der in der Luftfahrt auftretenden Eisarten [16].....	11
Abbildung 10: Benetzungsstadien auf einer Oberfläche. A: vollständige Benetzung B: partielle Benetzung [19].....	12
Abbildung 11: Dreiphasenpunkt einer benetzten Oberfläche mit Kontaktwinkel θ [19]	12
Abbildung 12: Schematischer Vergleich Wenzel-Stadium / Cassie-Baxter-Stadium; A: Wassertropfen dringt in die Struktur ein (Wenzel) B: Lufteinschlüsse zwischen Wassertropfen und rauer Oberflächenstruktur (Cassie-Baxter)	13
Abbildung 13: Wenzel-Stadium (links) und Cassie-Baxter-Stadium (rechts) auf einer homogenen Oberfläche [22]	14
Abbildung 14: Kontaktwinkelmessgerät OCA 20	18
Abbildung 15: Exemplarische Kontaktwinkelmessung auf einer Aluminiumoberfläche.....	19
Abbildung 16: Schematische Darstellung einer Rauigkeitsmessung mit fünf Einzelmessstrecken l_i [37] und gemittelter Rautiefe R_z	21
Abbildung 17: Zug-Scherversuch von Jellinek (1960) [27]	23
Abbildung 18: Druck-Scherversuch von Bascom et al. (1969) [28].....	24
Abbildung 19: Druckversuch von Scavuzzo und Chu (1991) [30].....	24
Abbildung 20: Zentrifuge zur Eishafthkraftbestimmung nach Laforte und Beisswenger [5] ...	26
Abbildung 21: Zentrifugenarm nach Laforte und Beisswenger mit Aufnahmenut für Probeoberflächen [5]	26
Abbildung 22: Einfluss des Tropfenvolumens auf den gemessenen Kontaktwinkel.....	30
Abbildung 23: Messung des Kontaktwinkels eines Wassertropfens im Zeitverlauf	31
Abbildung 24: Aufnahme des Kontaktwinkels mit Basislinienlänge und Tropfenhöhe im Maßstab der vergrößerten Aufnahme nach 10 Sekunden.....	32

Abbildung 25: Aufnahme des Kontaktwinkels mit Basislinienlänge und Tropfenhöhe im Maßstab der vergrößerten Aufnahme nach 600 Sekunden	33
Abbildung 26: leicht geöffnete Silikonform	36
Abbildung 27: Videoaufzeichnung des Versuchsaufbaus für die Gefrierversuche.....	38
Abbildung 28: Bei -25°C gefrorener Eisblock: Schichtdicke ca. 8 mm; Alu-Probe zu Beginn auf Raumtemperatur.....	38
Abbildung 29: Bei -25°C gefrorener Klareislock: Schichtdicke ca. 3,5 mm; Alu-Probe zu Beginn auf -25°C; Wasser zuvor entgast.....	41
Abbildung 30: Zentrifuge zur Eisadhäsionsmessung: (1) Rotorarm mit Probenhalterung; (2) Antriebsmotor; (3) Zentrifugenaußenwand; (4) Beschleunigungssensor; (5) Hall-Sensor	43
Abbildung 31: Zentrifuge mit Lüfterabdeckung zur verbesserten Luftzirkulation.....	44
Abbildung 32: verkleidete Zentrifuge und Detailansicht eines Vekleidungselementes.....	46
Abbildung 33: Rotorarm mit Aussparung zur Probenfixierung.....	47
Abbildung 34: schematische Darstellung der Probengeometrie mit aufgefrorenem Eisblock	48
Abbildung 35: Positionierungshilfe für das exakte Auffrieren der Testeisschicht	48
Abbildung 36: Zentrifugendrehzahlverlauf während eines Eisadhäsionstests	52
Abbildung 37: Ergebnisse der Parameteruntersuchungen für die Eisschichtdicke	53
Abbildung 38: Ergebnisse der Parameteruntersuchung für die Versuchstemperatur	55
Abbildung 39: Ergebnisse der Versuche zur Auswahl der Eisart.....	57
Abbildung 40: Ergebnisse der Eishaftkraftmessungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit	59
Abbildung 41: Grafische Darstellung der Haftkraftverläufe der Einzelproben in vier Reproduzierbarkeitstestreihen.....	60
Abbildung 42 : Nomenklatur der Probenbezeichnung	61
Abbildung 43: Ergebnisse der Vorversuche zur Silikonfolienherstellung mit (a) 0 %, (b) 5 %, (c) 10 %, (d) 20 % und (e) 30 % Ölanteil.	63
Abbildung 44: Aluminiumprobenträger mit Silikonbschichtung (Ölanteil 0%).....	64
Abbildung 45: Kontaktwinkel der für die weiteren Untersuchungen gewählten Proben	66
Abbildung 46: Kontaktwinkel der Probe Al-15-3-2.....	68
Abbildung 47: Kontaktwinkel der Probe Al-16.....	69
Abbildung 48: Rauigkeitsprofil Probe Al-16-7, $\lambda_c = 2,5\text{mm}$, $l_r = 12,5\text{ mm}$	70
Abbildung 49: Mikroskopieaufnahmen der Oberflächen (a) Al-AL-11 (b) Al-8-1-1 (c) Al-10-1-1 (d) Al-16-7 (e) Al-17-7 in 2500-facher Vergrößerung	71
Abbildung 50: Mikrostruktur der hierarchisch strukturierten Oberflächen (a) Al-15-3-2: Streifen (b) Al-15-3-3: Senken (c) Al-15-3-7: Säulen	72

Abbildung 51: Vergleich der gemessenen Eishaftkräfte aller Proben; Versuchsparameter: -10°C, 3,5mm Eisschichtdicke, Raueis	74
Abbildung 52: Ergebnisse der Wiederholungsmessung zur Eishaftkraftbestimmung von Oberfläche AI-8; Versuchsparameter: -10°C, 3,5mm Eisschichtdicke, Raueis.....	76
Abbildung 53: Zusammenfassung der Messergebnisse aus Kontaktwinkelmessungen und Ermittlung der Eishaftkräfte (Ausgenommen Probengruppe AI-15).....	78

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Parameter der Vereisungsversuche zur Temperatureinflussermittlung.....	37
Tabelle 2: Parameter der angepassten Versuchsreihe zur Klareisherstellung.....	40
Tabelle 3: Ermittelte Parameter zur Herstellung von Klareis bzw. Raueis.	41
Tabelle 4: Zusammenhang zwischen eingefülltem Wasservolumen und resultierender Eisschichtdicke.....	42
Tabelle 5: Versuchsparametergrenzen im Eisadhäsionstest.....	51
Tabelle 6: Versuchsparameter zur Ermittlung der Eisschichtdicke.....	53
Tabelle 7: Versuchsparameter zur Ermittlung der Testtemperatur.	54
Tabelle 8: Versuchsparameter zur Ermittlung der Eisart.	57
Tabelle 9: gemittelte Eishaftkräfte für Rau- bzw. Klareis.	58
Tabelle 10: Zusammenfassung ermittelte Versuchsparameter.....	58
Tabelle 11: Werkstoffbezeichnungen der für die weiteren Untersuchungen gewählten Proben.	66
Tabelle 12: Ergebnisse der Rauigkeitsmessungen der ausgewählten Proben.	71
Tabelle 13: Geometrie der Mikrostrukturierung von Probengruppe 15 (ermittelt durch Bemaßung der Mikroskopieaufnahmen).	73

1 Einleitung

Der technische Fortschritt des letzten Jahrhunderts führte dazu, dass immer mehr Maschinen und technische Bauteile auch in der freien Natur verwendet werden. Dies impliziert unmittelbar eine Konfrontation zwischen Technik und Natur. In Zeiten der Globalisierung tritt diese Konfrontation besonders stark hervor. Voraussetzung für ein funktionierendes globales Verkehrs-, Energie-, Telekommunikations- und Handelssystem ist ein jederzeit einwandfrei funktionierendes, weltumspannendes Netz aus Technik, ohne das die globale Gesellschaft heute nicht mehr auskommt. Um insbesondere die Funktionsfähigkeit von Technik im Außenbereich sicherzustellen, müssen Maßnahmen getroffen werden, um die Technik vor kritischen Wettereinwirkungen zu schützen. Dazu zählt unter anderem die Vermeidung von Eisbildung auf Oberflächen. Unter Anti-Icing-Systemen werden technische Anwendungen zusammengefasst, die Oberflächen in eisigen Umgebungen vor Eisablagerungen schützen sollen [1].

Im Zuge der Globalisierung werden auch klimatisch widrige Regionen der Welt immer weiter erschlossen, besiedelt und wirtschaftlich genutzt. Ein Beispiel dafür ist der Vorstoß in polare Regionen zur Energiegewinnung, den Luftverkehr oder zum Abbau von Bodenschätzen.

In diesem Bereich, aber auch in gemäßigteren Zonen, spielt besonders im Winter der Einfluss von Eis und Schnee auf technische Bauteile eine wichtige Rolle.

In einigen Branchen wird daher verstärkt auf dem Gebiet der Bauteilvereisung geforscht und Maßnahmen, die einer Vereisung entgegenwirken (Anti-Icing), bzw. zur Entfernung von Eis an bereits vereisten Bauteilen (De-Icing) entwickelt. Bekannte Beispiele zur Vermeidung von Eisbildung sind besonders im Luftverkehr zu finden. Hinzu kommen Straßen, Schiffe, Versorgungssysteme, wie Wasser- und Gasleitungen und Antennen im Funkverkehr.

Diese Arbeit legt ihren Fokus auf Forschungsergebnisse im Bereich von eisvermeidenden (eisphoben) Oberflächen und deren systematische Charakterisierung in der Luftfahrt und Windkraftindustrie, weshalb vorrangig technische Fragestellungen aus diesen Bereichen behandelt werden. Durch den technologischen Fortschritt ist es in der Luftfahrt heute möglich zum Zweck effizienter Flüge große Reiseflughöhen zu realisieren. Das höhenabhängige Temperaturgefälle in der Erdatmosphäre sorgt dafür, dass auch in gemäßigten Klimazonen die Eisbildung an der Flugzeugoberfläche problematisch ist. Die Vermeidung von Eisbildung an Tragflächen, Triebwerken oder Rotoren ist daher von allen Einsatzgebieten besonders herauszustellen. In keinem anderen Bereich hat die Eisvermeidung eine so hohe Relevanz für die Sicherheit.

Die Statistik in Abbildung 1 aus dem Jahr 2007, die Flugunfallursachen der vergangenen 50 Jahre aufzeichnet, zeigt, dass im Vergleich der wetterbedingten Flugunfälle weltweit die Ursache Vereisung mit großem Abstand die häufigste schwerwiegende Unfallursache war.

Unfallursache	aktuelles Beispiel	Zahl der Unfälle	Zahl der Toten
1. Geringe Sicht	Absturz der Scandinavian SAS MD-80 in Mailand am 08.10.2001 mit 110 Toten	74	2158
2. Scherwinde	Absturz der Sosoliso Airlines DC-9 in Nigeria am 10.12.2005 mit 108 Toten	66	1332
3. Vereisungen	Notlandung der Austrian Airlines Fokker 70 in München am 05.01.2004	132	1463
4. Turbulenzen		72	1443
5. Gewitter		16	660
6. Blitzschlag		14	460
7. starker Regen		8	163
8. Sandsturm		1	49
9. Aschewolken		2	0
Gesamt		385	7728

Abbildung 1: Statistik wetterbedingter Flugunfälle 1957-2007 [2]

Die Gefahr von Eisbildung bei Flugzeugen liegt insbesondere in der Beeinträchtigung der Flugleistung des Luftfahrzeugs. Dies äußert sich in der Gewichtszunahme bei großen Ansammlungen von Eis, das sich vor allem durch Auftreffen von unterkühlten Wassertropfen aus der Atmosphäre an den Vorderkanten der Tragflächen bilden kann. Zudem wird durch die Vereisung der Flügeloberfläche die aerodynamische Leistungsfähigkeit der Tragflächen herabgesetzt. Im Extremfall kann diese Kombination zu einem so starken Abfall des Auftriebsbeiwertes bei gleichzeitiger Erhöhung des Luftwiderstands führen, sodass Strömungsabrisse die Folge sein können. Auch Eis, das sich während des Fluges vom Flugzeugrumpf oder den Tragflächen löst, kann in größeren Mengen ein Risiko darstellen, falls es in die Triebwerke eingesaugt wird. Auf diese Weise entsteht ein Impact der akut zu einem Totalschaden des Triebwerkes führen kann.

Allein im Zeitraum von 1990 bis 2013 hat sich das deutsche Luftverkehrsaufkommen mehr als verdreifacht [3]. Aus dieser Entwicklung resultiert die Forderung nach effizienteren und emissionsärmeren Luftfahrzeugen, um die Umwelt möglichst wenig zu belasten und den Kerosinbedarf so gering wie möglich zu halten. Zum einen führen Eisablagerungen am Flugzeug unmittelbar zu einem höheren Luftwiderstand und damit zu einem höheren Schub- und Treibstoffbedarf. Zum anderen benötigen die herkömmlichen Enteisungssysteme in der

Luftfahrt einen nicht zu vernachlässigenden Anteil an zusätzlicher Energie, die nach aktuellem Stand meist über die Entnahme heißer Zapfluft aus dem Hochdruckverdichter des Triebwerkes, die zur Erwärmung der Flügelvorderkanten genutzt wird, entnommen wird. Alternativ werden die Flügelvorderkanten durch elektrische Heizsysteme erwärmt, was einen erhöhten Energiebedarf der Auxiliary Power Unit (APU) zur Folge hat [4]. Über die mobilen Enteisungssysteme hinaus werden Flugzeuge stationär am Boden enteist. Hierzu müssen von den Airlines die entsprechenden Enteisungsmittel angeschafft werden. Die aus der Enteisung am Boden resultierenden längeren Standzeiten am Flughafen stellen in dem heute sehr eng getakteten Luftverkehr ein großes Problem dar und können zu erheblichen Verspätungen führen. Die Vermeidung von Eisbildung ist somit auch von großem wirtschaftlichem Interesse für die Airlines.

Analog zur Luftfahrtindustrie ist derzeit auch die Windenergiebranche sehr an der Entwicklung von Technologien interessiert, die die Eisfreiheit von Windkraftanlagen ermöglichen. Ein vereistes Windrad führt aufgrund von unerwünschter turbulenter Strömung zu Wirkungsgradverlusten. Zudem sind eisbedingte strukturelle Schäden durch die zusätzliche Eismasse, durch Schwingungen oder durch eine mit einer Unwucht belasteten Antriebswelle, hervorgerufen durch eine Ungleichverteilung der Eismasse, möglich. Nicht zuletzt können hinabfallende Eisplatten zu Personen- und Sachschäden führen.

Um die Effizienz von Enteisungsmaßnahmen für Verkehrsflugzeuge und Windkraftanlagen zu steigern, wird derzeit vermehrt an unterschiedlichen Anti-Icing-Technologien, unter anderem auch eisphoben Oberflächenbeschichtungen, gearbeitet. Angestrebt werden passive Systeme, die im Falle der Luftfahrt einen zusätzlichen Energieaufwand zur Enteisung völlig überflüssig machen, also lediglich die resultierenden Kräfte aus Luftreibung in Folge der Fluggeschwindigkeit, die Gravitation und während des Fluges auftretende Vibrationen zur Enteisung nutzen [5]. Im Falle von Windkraftanlagen handelt es sich analog um die durch die Rotation verursachte Zentrifugalkraft, sowie ebenfalls die Gravitation. Bei den derzeitig vorhandenen Anti-Icing-Systemen reicht die Wirksamkeit bislang nicht aus, dass die genannten externen Kräfte zur Enteisung der Oberflächen ausreichen [6]. Ein Ziel der Anti-Icing-Forschung liegt daher in der Reduktion des Energie- und Zeitaufwands, der für die Enteisung technischer Bauteile nötig ist.

In der Vereisungsforschung im technischen Bereich wird zwischen De-Icing Maßnahmen, also mechanischen, elektrischen oder chemischen Verfahren zur Eisentfernung und Anti-Icing-Maßnahmen, also Verfahren zur Verhinderung oder Verminderung von Eisbildung unterschieden. Beide Verfahren können in hybriden Systemen kombiniert und somit

synergetisch genutzt werden. Diese Arbeit konzentriert sich thematisch auf die Anwendung von speziellen Oberflächen zur Reduktion der Eishaftkräfte, also auf den Anti-Icing-Bereich. Daher wird auf die De-Icing-Maßnahmen nicht genauer eingegangen.

2 Zielsetzung und Vorgehen

In der Bewertung der Güte von Anti-Icing-Maßnahmen existiert derzeit kein standardisiertes Verfahren, um eine Aussage über die Wirksamkeit verschiedener Oberflächen bei der Vermeidung von Eisbildung und der Reduktion der Eisadhäsion treffen zu können. Für die Hersteller von Anti-Icing-Beschichtungen, aber auch auf Seiten der Anwender der Technologien, also den Flugzeugbauern und der Windkraftindustrie, sind derartige Testmöglichkeiten von großem Interesse, da schon vor der Durchführung von kostspieligen Testflügen oder dem Materialtest am Windrad eine Voraussage der Qualität der Anti-Icing-Beschichtung im jeweiligen Anwendungsgebiet getroffen werden kann. Aus Herstellersicht kann somit autark an den eigenen Beschichtungssystemen weitergearbeitet werden, um deren Wirksamkeit zu optimieren.

Diese Arbeit hat deshalb zum Ziel, Methoden, die zur Charakterisierung von Anti-Icing Oberflächen nutzbar sind, zu analysieren und weiterzuentwickeln. Mit Hilfe dieser Methoden sollen die Vereisungscharakteristika ausgewählter Oberflächen beschrieben und miteinander verglichen werden.

Zunächst wird mittels Literaturrecherche der aktuelle Stand der Icing-Forschung in der Luftfahrt und der Windkraftbranche beleuchtet. Zum besseren Verständnis der Thematik werden außerdem Grundlagen zu Eisarten, der Benetzbarkeit von Oberflächen durch Wasser, sowie den Eishaftungsmechanismen erarbeitet. Zudem werden die vorhandenen Methoden zur Analyse und Bewertung der Vereisungseigenschaften von Oberflächen recherchiert, bewertet und anhand dessen die in der Arbeit verwendeten Methoden ausgewählt. Schließlich wird eine Versuchsmethodik entwickelt, deren Durchführ- und Reproduzierbarkeit in anschließenden Testreihen überprüft wird.

Da Studien zum Thema Anti-Icing einen Zusammenhang zwischen der Benetzbarkeit einer Oberfläche durch Wasser und der Eishaftkraft auf der Oberfläche nahe legen [7], werden zur ersten Charakterisierung der gewählten Materialien die hydrophoben bzw. hydrophilen Eigenschaften mittels Kontaktwinkelmessungen untersucht. Am Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt e.V. (DLR) in Braunschweig liegen bereits Probekörper aus einer Vorstudie vor, die unterschiedliche Anti-Icing-Eigenschaften aufweisen. Unter anderem aus diesen Proben

werden anhand der gemessenen Kontaktwinkel geeignete Oberflächen für die Anti-Icing-Analysen ausgewählt. Des Weiteren werden neue Proben mit auffälligen hydrophoben bzw. hydrophilen Charakteristika einbezogen.

Eine Analysemethode, die in dieser Arbeit im Fokus steht, ist die Bestimmung von Eishaftkräften mittels des in Abbildung 2 gezeigten Zentrifugenteststands, der vom Institut für Adaptronik und Funktionsintegration (IAF) der Technischen Universität Braunschweig betrieben wird.

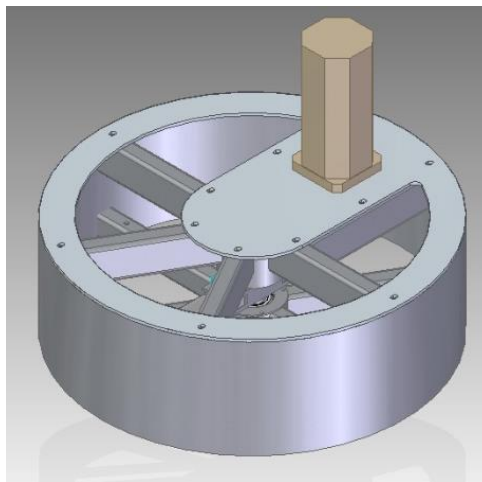


Abbildung 2: CAD-Zeichnung der Zentrifuge zur Ermittlung von Eishaftkräften am Institut für Adaptronik und Funktionsintegration der TU Braunschweig

Zur Vergleichbarkeit der Messungen sollen für die Untersuchung der Eishaftkräfte in der Zentrifuge möglichst reproduzierbare Rahmenbedingungen geschaffen werden.

Neben Parametern wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit stellt die Herstellung der Eisschicht, die in der Zentrifuge von dem Probekörper abgelöst werden soll, einen wichtigen Faktor dar. Daher werden Vereisungsversuchsreihen mit unterschiedlichen Randbedingungen durchgeführt.

In einer Vorversuchsreihe für die Zentrifugentests werden die regelbaren Versuchsparameter variiert und eine optimale Parameterkombination für die eigentlichen Materialtests erarbeitet. Die Prämisse der Vorversuchsreihe ist die Minimierung der Standardabweichung der gemessenen Eishaftkräfte. Der ermittelte Parametersatz wird im Rahmen von wiederholten Versuchen statistisch validiert. Abschließend werden mit den festgelegten Einflussgrößen die Eishaftkräfte auf den ausgewählten Testoberflächen quantifiziert und in Bezug auf die Beschaffenheit der Oberflächen interpretiert.

3 Theoretische Grundlagen

Um die Wissensbasis, die zum Verständnis der Thematik Anti-Icing nötig ist, aufzubauen, wird in diesem Kapitel auf einige grundlegende Begrifflichkeiten eingegangen, die unmittelbar mit der Eisbildung auf einer technischen Oberfläche zusammenhängen.

Dabei wird zunächst auf die verschiedenen möglichen Eisarten, sowie Faktoren, die deren Entstehung begünstigen, eingegangen. Im Zusammenhang mit der Oberflächenvereisung wird auch immer das Verhalten von Wasser, das im flüssigen Zustand auf eine Oberfläche trifft, analysiert. Aus diesem Grund werden die Grundlagen der Benetzbarkeit von Oberflächen näher erläutert. Zum Einstieg in die Thematik der Eisadhäsion werden die Haftungsmechanismen von Eisschichten an einer Oberfläche behandelt.

3.1 Eisarten

Eis kann in zahlreichen unterschiedlichen Formen auftreten. Die verschiedenen möglichen Kristallmodifikationen und amorphen Phasen sind im Phasendiagramm für Eis in Abbildung 3 in Abhängigkeit von Temperatur und Druck aufgetragen [8].

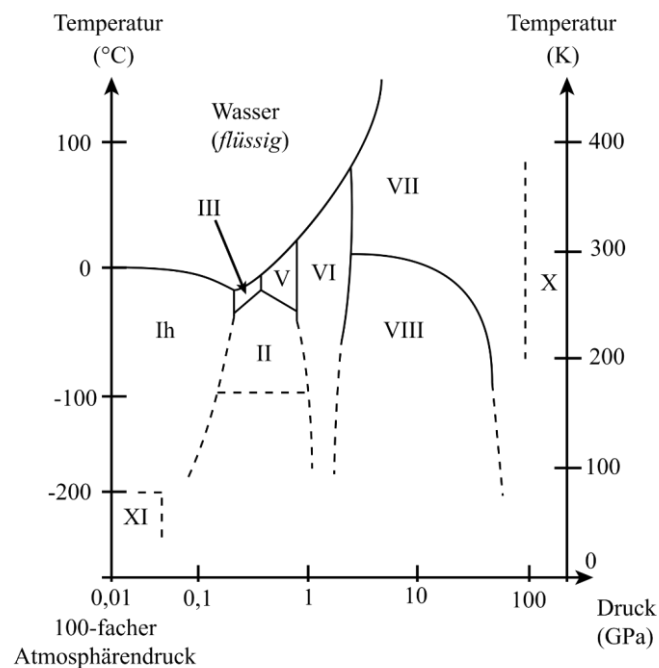


Abbildung 3: Phasendiagramm von Eis mit der Kristallmodifikation in Abhängigkeit von Temperatur und Druck [9]

Bei Normaldruck von 1,01325 Bar auf Meereshöhe gefriert flüssiges Wasser bei einer Temperatur von 273,15 K bzw. 0°C zu festem Eis. Dem Phasendiagramm ist zu entnehmen,

dass unter natürlichen Umständen, also bei Drücken bis 1,01325 Bar Eis ausschließlich in der Ih-Konfiguration vorkommen kann [10]. Hierbei handelt es sich um eine hexagonale Kristallstruktur, auf deren Grundfläche sechs Wassermoleküle über Wasserstoffbrückenbindungen zu einem Ring gebunden werden.

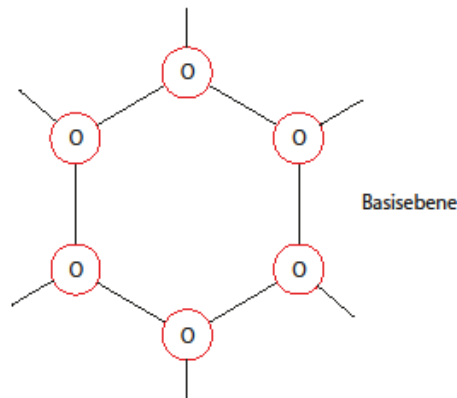


Abbildung 4: Kristallgitter von Ih-Eis: Basisebene (Abgebildet sind nur die Sauerstoffatome)

Abbildung 4 veranschaulicht die Anordnung der Basisebene eines Ih-Eiskristalls, wobei hier nur die Sauerstoffatome abgebildet sind. Die schwarzen Linien kennzeichnen dabei jeweils eine Wasserstoffbrückenbindung. Jedes Wassermolekül wird zusätzlich in jeweils zwei strukturgleichen, benachbarten Ringen gebunden [8]. Dies hat eine Bildung von Kristalliten zur Folge, deren Geometrie von unterschiedlichen Formen von Kristallprismen mit hexagonaler Grundfläche geprägt ist. Je nach Ausprägung entstehen dabei, wie in Abbildung 5 dargestellte flache, plättchenähnliche, oder längliche, stangenartige kolumnare Prismen [8].

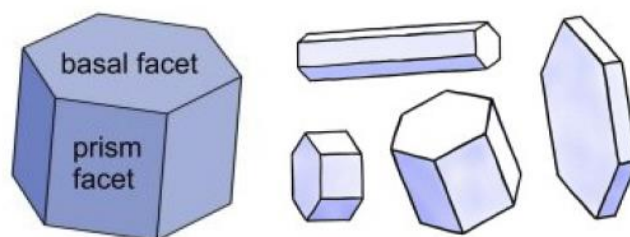


Abbildung 5: Sechseckiges Prisma eines Eiskristalls in Platten- und Stäbchenform [8]

Trotz der stets gleichen Kristallstruktur bei Eis, das unter natürlichen Bedingungen entsteht, können, abhängig von den Umständen unter denen sich das Eis bildet, makroskopisch unterschiedliche Aufbauten einer Eisschicht auftreten. Dies hat meist meteorologische Gründe. Die relevanten Einflussgrößen auf die Art der Eisbildung sind die herrschenden

Druck- und Temperaturverhältnisse, sowie die Luftfeuchtigkeit, Lufteinschlüsse im Wasser und die Reinheit des Wassers in Bezug auf die Existenz von Kondensationskeimen. In der Luftfahrt wurden die unterschiedlichen meteorologischen Bedingungen, die zur Bildung unterschiedlicher Eisarten führen, bereits ausführlich untersucht. So können je nach Umgebungsbedingungen drei unterschiedliche Eisarten beobachtet werden: Das Klareis, das Raueis und eine Mischform aus beiden Eisarten [11].

Die größte Gefahr der Eisbildung in der Luftfahrt besteht beim Durchfliegen von Wolken mit hoher Wasserkonzentration. Dabei setzen sich nicht die in der Wolke enthaltenen Eiskristalle an der Flugzeugoberfläche ab, vielmehr sind stark unterkühlte Wassertropfchen, sogenannte „Supercooled-Large-Droplets“ beim Aufprall auf der Flugzeugoberfläche für die Eisbildung verantwortlich [11]. Bei besonders tiefen Temperaturen unterhalb von -10°C gefrieren unterkühlte Wassertropfchen schlagartig bei Auftreffen auf die Flugzeugoberfläche, da diese als Kristallisationskeim fungiert [12]. Durch die kurze Gefrierdauer bleibt die ursprüngliche Tropfenkontur weitestgehend erhalten. Treffen nun eine Vielzahl dieser Tropfen auf, bildet sich nach und nach eine Raueisschicht. Da die Tropfenform erhalten bleibt, kommt es zwischen den einzelnen Tropfen der Eisschicht zu Lufteinschlüssen, die die Charakteristik der Raueisschicht bestimmen. Im Vergleich zu den anderen Eisarten hat Raueis bedingt durch den hohen Luftanteil die geringste Dichte und verhält sich mechanisch spröde [11]. Die Lufteinschlüsse führen außerdem zu der typischen, weißlich matten Erscheinung [12]. Durch das schlagartige Gefrieren bildet sich die Raueisschicht stromlinienförmig an der Front des umströmten Körpers aus, da die Tröpfchen direkt an der Aufprallstelle vollständig gefrieren. Gerade an der Tragfläche ist dies aerodynamisch problematisch, da es zur Profilverdickung kommt und die Oberfläche der Eisschicht wesentlich rauer als die Flugzeughaut ist. Bei besonders langen Vereisungszeiten kann die Raueisschicht die stromlinienförmige Geometrie verlieren und bei einer entsprechend großen Eismasse eine speerspitzenartige Form annehmen [11]. Die Veränderung des Profils und die raue Oberfläche können im problematischsten Fall einen Umschlag der laminaren in turbulente Strömung bis hin zum Strömungsabriss verursachen [11]. Eine mit Raueis vereiste Flügelvorderkante mit der charakteristischen trüben Erscheinung ist in Abbildung 6 dargestellt.



Abbildung 6: Raueisablagerungen an einer Flügelvorderkante [13]

Klareis entsteht im Vergleich zu Raueis bei höheren Temperaturen von -10°C bis 0°C . In diesem Fall gefrieren die Wassertröpfchen bei Auftreffen auf die Flugzeugoberfläche nur teilweise. Ein Teil des Niederschlags kann entlang des Flügelprofils fließen und gefriert in Strömungsrichtung weiter hinten zu sogenanntem „Runback-Ice“ [11]. Dieses Phänomen tritt insbesondere auf, wenn an der Flügelvorderkante gefrorenes Eis vom De-Icing-System geschmolzen wird und weiter hinten an der Tragfläche wieder gefriert [11]. So kann es lokal zu Verdickungen der Eisschicht kommen, die im Fall eines Flügels zur Bildung von aerodynamisch sehr ungünstigen Auswölbungen an der Flügelvorderkante führen kann. Eis, das unter diesen Bedingungen entsteht, gefriert sukzessive in dünnen Schichten, sodass sich während des Gefriervorgangs noch vorhandene Lufteinschlüsse ausscheiden können [11]. Aus diesem Grund ist eine Klareisschicht optisch transparent. Die Oberflächenrauigkeit ist bei Klareis im Vergleich zum Raueis gering. Makroskopisch kann Klareis jedoch starke Erhöhungen und Vertiefungen aufweisen [11] [12].

Das durchsichtige, klare Erscheinungsbild von Klareis an einer Flügelvorderkante ist in Abbildung 7 dargestellt.



Abbildung 7: Klareisablagerungen an einer Flügelvorderkante

Die Eisschichtgeometrien von Rau-, Klar- und Mischeis, die nach langen Vereisungszeiten an einem Flügelprofil entstehen können, sind in Abbildung 8 schematisch dargestellt.

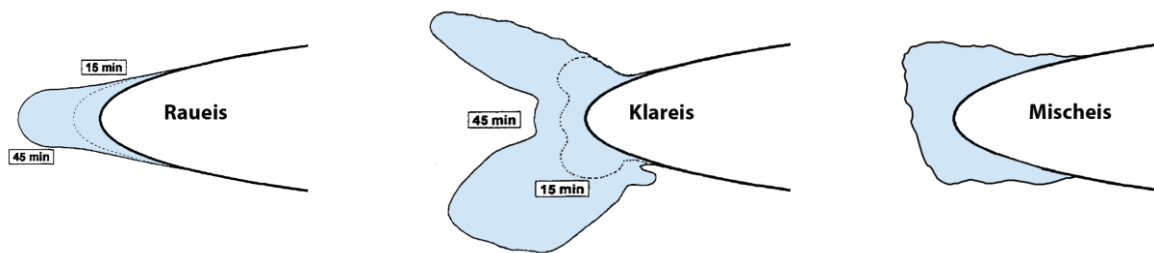


Abbildung 8: Eisschichtgeometrie von Raueis (links), Klareis (mitte) und Mischeis (rechts) an einer Flügelvorderkante [12] [14]

Es wird deutlich, dass die Bildung einer Klareisschicht mit einer ungleichmäßig ausgeprägten Geometrie für eine laminare Luftströmung problematischer ist und somit das höhere Sicherheitsrisiko darstellt. Aber auch eine genügend dicke Raueisschicht kann zur erheblichen Verschlechterung der aerodynamischen Güte der Tragflächen führen [11], sodass zusätzlich zum Sicherheitsfaktor für den Reiseflug ein erheblich gesteigerter Energiebedarf resultiert.

Mischeis ist eine Mischform aus Klareis und Raueis, die sich bildet, wenn die Wassertropfchen, die auf die Flugzeugoberfläche auftreffen, in ihrem Durchmesser variieren. Während große Tropfchen zur Klareisbildung führen, führen Tropfchen mit geringerem Durchmesser bei Aufschlag zur Bildung von Raueiselementen [11]. Wird die Raueisphase in die Klareisphase eingebunden entsteht durch die Lufteinschlüsse in der Raueisphase ein milchiges Erscheinungsbild der Eisschicht [11]. Eine Mischeisschicht kann ebenfalls bereits zuvor gefrorene Schnee- oder Eispartikel enthalten. Bildet sich eine Mischeisschicht an der Flügelvorderkante, weist sie die in Abbildung 8 gezeigte pilzförmige Kontur mit rauen Kanten auf [15].

Abbildung 9 zeigt die relative Häufigkeit, mit der die unterschiedlichen Eisarten auftreten.

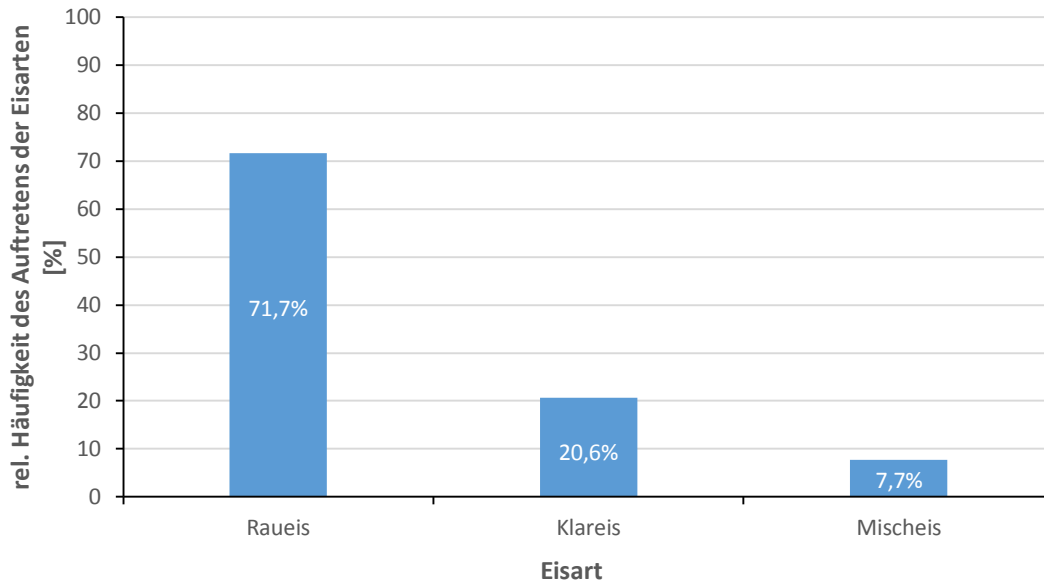


Abbildung 9: Relative Häufigkeit der in der Luftfahrt auftretenden Eisarten [16]

Laut Pavlow [16] ist Raueis die in der Luftfahrt am häufigsten auftretende Eisart. Das höhere Sicherheitsrisiko geht jedoch klar von der Bildung von Klareisschichten auf der Flugzeugtragfläche aus, was vor allem dessen strömungsbehindernden Eisschichtgeometrie geschuldet ist.

3.2 Benetzungsverhalten von Festkörperoberflächen

Zur Charakterisierung technischer Oberflächen im Zusammenspiel mit Wasser ist die Benetzbarkeit eine aussagekräftige Eigenschaft. Die Begriffe Hydrophobie und Hydrophilie beschreiben dieses Benetzungsverhalten. Da in der Literatur statistische Zusammenhänge der Benetzbarkeit einer Festkörperoberfläche mit Wasser und der Eisadhäsion vermutet werden [17], wird in diesem Kapitel näher auf diese Begrifflichkeiten eingegangen.

Unter Benetzung wird allgemein das Verhalten einer Flüssigkeit bei der Berührung mit einer Festkörperoberfläche verstanden [18]. Der Grad der Benetzung einer Flüssigkeit auf einer Oberfläche kann beispielsweise durch die Oberflächenrauigkeit beeinflusst werden [19]. Es existieren zwei Benetzungsstadien, die vollständige und die partielle Benetzung [20], die in Abbildung 10 dargestellt sind.

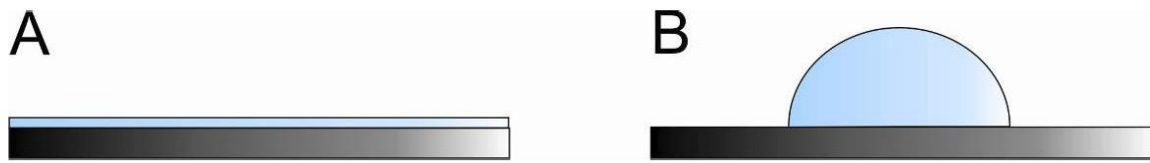


Abbildung 10: Benetzungsstadien auf einer Oberfläche. A: vollständige Benetzung B: partielle Benetzung [19]

Als Maß für den Benetzungszustand wird i.d.R. der Kontaktwinkel θ herangezogen. Dieser beschreibt, wie in Abbildung 11 dargestellt, den Winkel zwischen der Tangente durch den Dreiphasenpunkt, die an der Tropfenkontur anliegt, also der Grenzlinie Flüssig/Gasförmig, und der Grenzfläche zwischen der Flüssigkeit und dem Festkörper [20]. Die Vektoren γ_{SA} , γ_{LA} und γ_{SL} stellen die Grenzflächenspannungen zwischen den drei Phasen dar. Deren Bedeutung wird nachfolgend im Young-Modell näher erläutert.

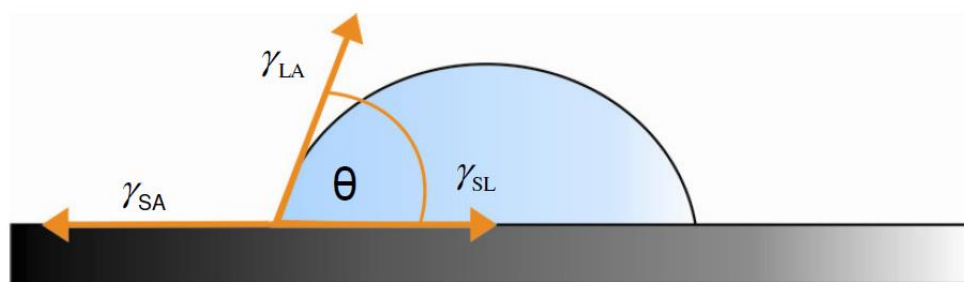


Abbildung 11: Dreiphasenpunkt einer benetzten Oberfläche mit Kontaktwinkel θ [19]

Bei der vollständigen Benetzung spreitet die aufgebrachte Flüssigkeit vollkommen auf der Oberfläche [19]. Der Kontaktwinkel beträgt demnach 0° . Bei den meisten technischen Anwendungen liegt jedoch eine partielle Benetzung vor. Hier bewegt sich der Kontaktwinkel zwischen kleinen Winkeln nahe 0° und sehr großen Winkeln, nahe 180° [19]. Ein Kontaktwinkel von $\theta = 180^\circ$ entspricht einer punktförmigen Kontaktstelle zwischen Flüssigkeit und Festkörper [19].

Anhand der gemessenen Kontaktwinkel können die Oberflächeneigenschaften klassifiziert werden. Hydrophile, also flüssigkeitsanziehende Materialien haben einen statischen Kontaktwinkel von $\theta < 90^\circ$ [19]. Alle Materialien, die einen größeren Kontaktwinkel aufweisen, werden als hydrophob, also flüssigkeitsabweisend bezeichnet. Ein Spezialfall sind die superhydrophoben Oberflächen, die statische Kontaktwinkel von $\theta > 150^\circ$ [6]. Ein weiteres Kriterium für eine superhydrophobe Oberfläche ist eine Kontaktwinkelhysterese von unter 10° [6]. Die Kontaktwinkelhysterese wird als Maß für das Abrollverhalten eines Wassertropfens auf

einer Oberfläche definiert [21]. Sie wird beispielsweise über die Messungen der Kontaktwinkel eines Tropfens auf einer geneigten Oberfläche gemessen. Die Differenz zwischen dem Kontaktwinkel an der vorauseilenden Tropfenseite und dem der zurückliegenden Tropfseite wird als Kontaktwinkelhysterese bezeichnet [21]. Technische Oberflächen mit superhydrophoben Eigenschaften orientieren sich am Vorbild der Lotusblüte, die durch eine mikro- und zusätzlich nanostrukturierte Oberfläche Lufteinschlüsse in der Grenzfläche zwischen Blüte und Wasser kreiert und so das Wasser effektiv abperlen lässt [20].

Im physikalischen Modell des Kontaktwinkels wird zwischen drei verschiedenen Ansätzen zur Erklärung unterschieden. Das Young-Modell von 1805 orientiert sich, analog zu Abbildung 3, bei der Erklärung des Kontaktwinkels an einer idealisierten, glatten und chemisch homogenen Oberfläche [20]. Der Kontaktwinkel θ ist demnach eine Funktion der drei Grenzflächenspannungen γ zwischen den Phasen Fest/Flüssig (SL), Flüssig/Gas (LA) und Fest/Gas (SA). Bei der Messung des statischen Kontaktwinkels befinden sich die drei Grenzflächenspannungen im Gleichgewicht [20]. Demnach ergibt sich die Gleichung nach Young [20] zu:

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SA} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LA}} \quad (1)$$

Die Modelle von Wenzel und Cassie-Baxter gehen von realen Oberflächen, d.h. Oberflächen mit einer nicht glatten Oberflächenstruktur aus. Diese Rauigkeit beeinflusst das Benetzungsverhalten des Materials und damit den messbaren Kontaktwinkel.

Zur Messung des Kontaktwinkels gehen diese Modelle jedoch von unterschiedlichen Benetzungsstadien aus. Das Wenzel-Stadium beschreibt einen Zustand, bei dem der Wassertropfen vollständig in die Zwischenräume der Strukturierung der Oberfläche eindringt. Die Luft aus den Zwischenräumen wird dabei verdrängt. Bei einer Kontaktwinkelmessung im Cassie-Baxter-Stadium befinden sich in den Zwischenräumen der rauen Struktur Lufteinschlüsse [22]. Eine schematische Darstellung beider Stadien zeigt Abbildung 12.

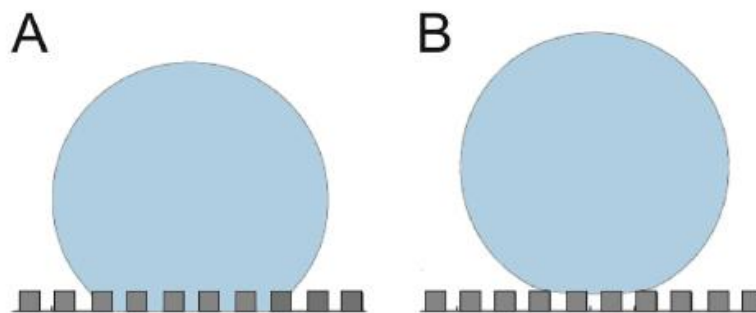


Abbildung 12: Schematischer Vergleich Wenzel-Stadium / Cassie-Baxter-Stadium; A: Wassertropfen dringt in die Struktur ein (Wenzel) B: Lufteinschlüsse zwischen Wassertropfen und rauer Oberflächenstruktur (Cassie-Baxter)

Befinden sich Lufteinschlüsse in den Zwischenräumen, ist die Kontaktfläche zwischen Flüssigkeit und Festkörperoberfläche deutlich kleiner. Daraus resultiert ein größerer Kontaktwinkel im Vergleich zum Wenzel-Stadium [20]. Im nachfolgenden Beispiel sind beide Fälle auf einer homogenen, rauen Oberfläche dargestellt.

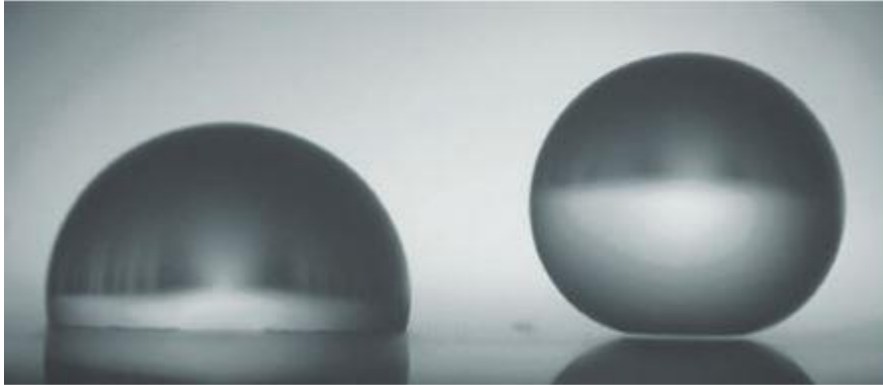


Abbildung 13: Wenzel-Stadium (links) und Cassie-Baxter-Stadium (rechts) auf einer homogenen Oberfläche [22]

Der linke Tropfen in Abbildung 13 wurde hier, abweichend vom üblichen Vorgehen, mit der Applikationsspritze auf die Oberfläche gedrückt, wobei das Wasser in die Zwischenräume der Struktur eingedrungen ist. Der rechte Tropfen wurde vorsichtig auf der Oberfläche abgesetzt. Die Lufteinschlüsse in den Zwischenräumen sind deutlich zu erkennen und verhindern ein Einsinken des Tropfens. Die resultierenden unterschiedlichen Kontaktwinkel sind mit bloßem Auge zu erfassen.

3.3 Eisadhäsion

Bei der Charakterisierung von Anti-Icing-Oberflächen steht die Haftkraft, mit der eine Eisschicht an der Oberfläche festhält im Mittelpunkt der Analyse. Um zu verstehen aus welchem Grund bestimmte Beschichtungen besonders „eisphob“, also besonders eisabweisend sind, ist das Verständnis der Haftmechanismen essentiell.

An der Grenzfläche zwischen der starren Oberfläche und einer Eisschicht sind drei physikalische Bindungsarten für die Eishaftung zuständig. Die kovalente bzw. chemische Bindung, die Van-der-Waals-Bindung (hier eine Wasserstoffbrückenbindung) und die elektrostatische Interaktion zwischen Eis und Oberflächenmolekülen [23]. Zusätzlich zu den drei physikalischen Bindungsmechanismen tritt im Fall der Eishaftung noch ein mechanischer Haftmechanismus auf, der auf der Verzahnung des Eises auf der Oberfläche beruht [24]. Diese vier Bindungsmechanismen sind in unterschiedlich starkem Maß für die Eishaftung

verantwortlich. Um eine technische Oberfläche zu entwickeln, auf der das Eis besonders schlecht haftet, muss demnach sichergestellt werden, dass die Bindungsmechanismen möglichst stark unterdrückt werden.

Die kovalente Bindung, also die chemische Bindung zwischen zwei Atomen der beiden interagierenden Festkörperoberflächen kann nur auftreten, wenn gewährleistet ist, dass sich die Atome in einem bestimmten festen Abstand zueinander befinden. In diesem Abstand befindet sich die anziehende Kraft zwischen den negativ geladenen Elektronen des einen Atoms und dem positiv geladenen Atomkern des anderen Atoms mit der abstoßenden Kraft zwischen den Elektronen bzw. den Atomkernen beider Atome im Gleichgewicht [23]. Eine kovalente Bindung zwischen der Eisschicht und der Festkörperoberfläche kann nur zustande kommen, wenn der für das Gleichgewicht nötige Abstand in Größenordnungen von 0,1 bis 0,2nm exakt eingehalten wird [23]. Die kovalente Bindung hat mit diesen Werten im Vergleich der verschiedenen Bindungsarten die niedrigste Bindungsreichweite. Bei einem perfekten Kontakt zweier Oberflächen kann so eine Adhäsionsenergie von ca. 0,5 J/m² erreicht werden. Die Bindungsenergie pro Molekül beträgt dabei etwa 0,5 eV. [23]. Von den drei Bindungsarten stellt die kovalente Bindung im Falle der Eishaftung aufgrund der geringen Bindungsreichweite den am wenigstens relevanten Bindungsmechanismus dar [23].

Die van-der-Waals-Bindung, deren Bindungsenergie auf der temporären Bildung elektrischer Dipole gründet, hat im Vergleich zur chemischen Bindung zwischen zwei Atomen eine deutlich höhere Bindungsreichweite [23]. Die van-der-Waals-Kräfte hängen ausschließlich von der makroskopischen Beschaffenheit der in Kontakt tretenden Oberflächen ab, sie kommt also bei der Interaktion zwischen Eisschicht und Oberfläche zum Tragen. Mit Bindungsenergien von 0,05-0,5 eV pro Molekül ist die van-der-Waals-Kraft im Vergleich zur chemischen Bindung allgemein deutlich schwächer. Sie ist aber weitgehend unabhängig vom Aufbau der Kontaktfläche zwischen Eis und Oberfläche stets in gleichem Maß vorhanden [23].

Die elektrostatische Wechselwirkung trägt ebenfalls zur Bindung einer Eisschicht an einer Oberfläche bei. Die Stärke der elektrostatischen Anziehung hängt vom Verhalten der Wassermoleküle an der betrachteten Oberfläche ab. Entscheidend ist dabei, ob das Oberflächenmaterial Defekte aufweist, die von den im Eis befindlichen H₃O⁺ - Ionen besetzt werden können [23]. In einer Studie zur Untersuchung der elektrostatischen Anziehung von Eis auf einem Substrat, wiesen Ryshkin und Petrenko Bindungsenergien bis 1,3 J/m² nach [23], die die Bindungsenergie der chemischen Bindung und die van-der-Waals-Kräfte deutlich übertreffen. Mit einer großen Bindungsreichweite von ca. 2,76 nm spielt die elektrostatische Anziehung für die Eishaftung an unterschiedlichen Oberflächen demnach eine wichtige Rolle [23].

Zusätzlich zu den drei bekannten physikalischen Bindungsarten, deren Stärke in erster Linie vom gewählten Oberflächenmaterial abhängt, kann die Oberflächenstruktur des Substrates die Eishaftung ebenfalls beeinflussen. Zum Beispiel können mechanische Kräfte auftreten, die von einer Verzahnung der Eisschicht auf der Festkörperoberfläche verursacht werden. Diese Verzahnung tritt auf, wenn bei dem Gefriervorgang flüssiges Wasser in Mikroporen auf der Oberfläche eindringt und dort gefriert [24]. Eine derartige Verankerung der Eisschicht auf der Oberfläche führt zu erhöhten Eishaftkräften.

4 Stand der Technik

Bei den Anti-Icing-Technologien gibt es verschiedene Ansätze bezüglich der Eigenschaften, die eine Oberfläche besitzen muss, damit sie einer Vereisung möglichst gut entgegenwirkt. In diesem Kapitel wird erarbeitet, welche Strategien des Oberflächendesigns zur Eisvermeidung existieren. Zudem werden verschiedene Methoden zur Charakterisierung der Anti-Icing-Eigenschaften unterschiedlicher Oberflächen vorgestellt.

4.1 Anti-Icing-Strategien

Ein Ansatz zur Entwicklung effektiver Anti-Icing-Technologien ist die Nutzung von Oberflächen mit superhydrophobem Benetzungsverhalten. Dabei sollen die wasserabweisenden Eigenschaften der Oberflächen genutzt werden, um Wasseransammlungen auf den Oberflächen zu verhindern, bevor die Wassertröpfchen gefrieren können [6]. Die hydrophoben Eigenschaften der Oberflächen werden in der Regel durch zwei verschiedene Mechanismen erreicht. Zum einen wird versucht, die Oberflächenenergie der genutzten Beschichtung soweit wie möglich zu erhöhen, sodass aus dem Young'schen Gleichgewicht (vgl. Formel 1) ein hoher Kontaktwinkel resultiert [19]. In der Praxis wird dies oft durch fluorierte Oberflächen oder das Auftragen von Trenn- oder Schmiermitteln erreicht [25]. Zum anderen werden hierarchisch strukturierte Oberflächen mit dem Ziel genutzt, den Tropfen auf der Oberfläche im Cassie-Baxter-Zustand zu halten und somit den Kontaktwinkel zu reduzieren [6].

Eine weitere Anti-Icing-Strategie ist die Reduktion der Eisadhäsionskräfte. Bei diesem Verfahren wird die Bildung dünner Eisschichten in Kauf genommen, jedoch werden durch die Unterdrückung der intermolekularen Haftmechanismen die Adhäsionskräfte zwischen Eis und Oberfläche reduziert, sodass ein Ablösen des Eises schon durch extern auftretende Scherkräfte, wie zum Beispiel durch die Gravitation, erfolgen kann [6]. Ein Beispiel für eine solche eisphobe Oberfläche ist das Aufbringen einer Teflon-Beschichtung [7].

Ein neuartiger Ansatz zur Reduktion von Eishaftkräften wird von Govolin et al. mit der Nutzung von Oberflächen, die ein elastisches Verhalten aufweisen, vorgestellt. Die elastischen Verformungen der Beschichtungen auf den Oberflächen durch externe Kräfte führen zur Ausbildung von Kavitäten zwischen Oberfläche und Eisschicht. Durch das Auftreten der ersten Kavitäten setzt sich der Ablöseprozess in Gang. Die Rückstellkräfte der elastischen Oberfläche unterstützen dabei die rasche Vergrößerung der Kavitäten. Zusätzlich zur Nutzung der elastischen Eigenschaften werden von Govolin et al. Schmiermittel in die elastische Struktur eingebracht, um die eisabweisende Wirkung der Oberflächen zu erhöhen [25].

4.2 Methoden zur Untersuchung des Vereisungsverhaltens von Oberflächen

Zur Untersuchung der Eishaftung an Oberflächen verschiedener Art existieren zahlreiche Analysemethoden [26] [27] [28] [29] [30] [31] [32]. Da auch die Hydrophobie bzw. die Hydrophilie bei der Eishaftung eine Rolle spielen [7], werden zunächst die Messmethoden zur Ermittlung des Benetzungsverhaltens einer Oberfläche und anschließend die Methoden zur Quantifizierung von Eishaftkräften, sowie weitere Oberflächencharakterisierungsmethoden zur Interpretation der Eiseigenschaften in Abhängigkeit der jeweiligen Oberflächenparameter vorgestellt.

4.2.1 Hydrophobe Eigenschaften

Zur Beurteilung des Benetzungsverhaltens der Oberflächen kommen vor allem die Bestimmung des Kontaktwinkels, sowie die Analyse der Oberflächenrauigkeit in Frage. Die Techniken, die zur Ermittlung der entsprechenden Kennwerte eingesetzt werden, werden in diesem Kapitel näher erläutert.

4.2.1.1 Kontaktwinkelmessung

Zur Einordnung der Wechselwirkung von Flüssigkeiten mit Festkörperoberflächen wird oftmals der statische Kontaktwinkel, also der Kontaktwinkel eines liegenden Tropfens als physikalische Größe zur Beurteilung herangezogen [33].

Zur Messung des Kontaktwinkels wird in dieser Arbeit mit dem Kontaktwinkelmessgerät OCA 20 des Herstellers DataPhysics Instruments gearbeitet. Abbildung 14 zeigt die Messapparatur mit einer hochauflösenden, digitalen Graustufenkamera zur Analyse der Tropfenkontur, einem Höhen- und Seitenverstellbaren Träger zur Platzierung der Oberflächenprobe, der

motorgesteuerten Tropfendosiervorrichtung, sowie eine Lichtquelle zur Kontrastierung der Tropfenkontur.

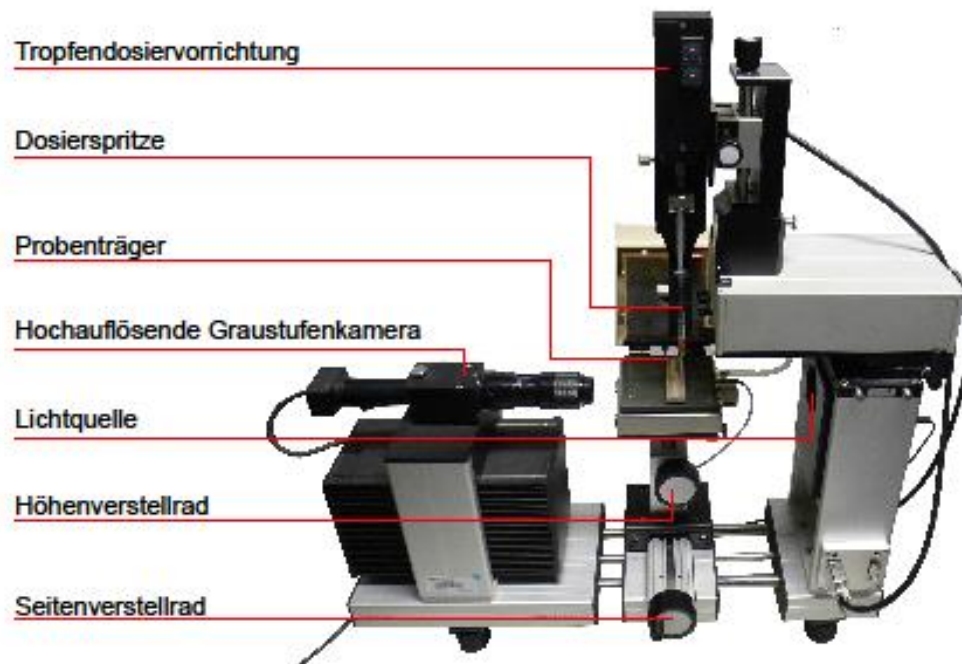


Abbildung 14: Kontaktwinkelmessgerät OCA 20

Bei der Messung des statischen Kontaktwinkels anhand der Sessile-Drop-Methode (aufliegender Tropfen) mit dem Medium Wasser wird ein Wassertropfen mit definiertem Volumen mittels einer feinen Spritze durch die Dosiervorrichtung entweder auf der zu untersuchenden Oberfläche vorsichtig abgelegt, oder durch Bewegen des Probenträgers mit der Oberfläche von der Kanülenspitze abgeholt [33]. Die Kontaktstelle zwischen Tropfen und Oberfläche wird im Profil von einer hochauflösenden Graustufenkamera fokussiert, wobei die Bildvergrößerung und die Bildschärfe manuell einzustellen sind. Zur optischen Ermittlung des Kontaktwinkels wird ein digitales Schwarz-Weiß-Bild des Tropfens auf der mit einer Analysesoftware die Tropfenkontur untersucht. Dazu wird eine Basislinie auf die Kontaktlinie mit der Oberfläche gezeichnet. Diese kann aufgrund der Kontrastierung von der Software automatisch ermittelt werden. Eine manuelle Anpassung bei einer fehlerhaften Ermittlung ist zusätzlich möglich.

Nach einer Graustufenanalyse, bei der für das gesamte gespeicherte Bild die Helligkeitsdifferenz zweier benachbarter Bildpunkte ermittelt wird, wird die Tropfenkontur aus der Lage der maximalen Helligkeitsdifferenzen errechnet [21]. Die Software kann dies je nach Einstellung mit verschiedenen mathematischen Modellen, wie dem Kreis-, Ellipse, oder

Young- Laplace-Fitting lösen [21]. Die Topfenkonturen für die Kontaktwinkelmessungen dieser Arbeit werden über die Young-Laplace-Methode approximiert, die die Krümmung der Außenkontur einer Flüssigkeit in Abhängigkeit des herrschenden Drucks, der Temperatur und der Oberflächenspannung der Flüssigkeit angibt. Vorteil der Methode ist, dass zur Berechnung des Kontaktwinkels die gesamte Tropfenkontur berücksichtigt wird [21]. Der Kontaktwinkel selbst wird schließlich aus der Steigung der Konturlinie im Dreiphasenkontaktpunkt mathematisch bestimmt [21].

Abbildung 15 zeigt ein Kontur-Fitting eines Wassertropfens auf einer unbehandelten Aluminiumoberfläche am OCA 20.

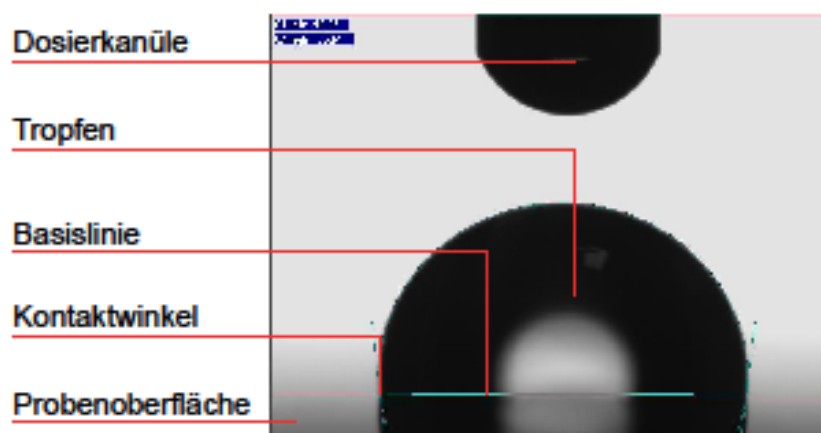


Abbildung 15: Exemplarische Kontaktwinkelmessung auf einer Aluminiumoberfläche

Es wird deutlich, dass mit der Young- Laplace-Methode die reale Tropfenkontur und der entsprechende Kontaktwinkel sehr genau numerisch nachgebildet werden können.

Die Analysesoftware misst sowohl den linken als auch den rechten Kontaktwinkel des Wassertropfens auf der Oberfläche. Die angegebenen Kontaktwinkel in dieser Arbeit entsprechen grundsätzlich dem arithmetischen Mittelwert dieser beiden Messwerte. Damit eine Kontaktwinkelmessung auswertbar ist, ist es nötig, die Messung auf einer Oberfläche an unterschiedlichen Messpunkten mit den gleichen Parametern mehrfach zu wiederholen, um eventuell auftretende Oberflächeninhomogenitäten zu berücksichtigen und die genommenen Messwerte statistisch verifizieren zu können.

4.2.1.2 Rauigkeitsmessung

Wie schon bei den der Erklärung der Wenzel- und Cassie-Baxter-Stadien wurde, beeinflusst die Rauigkeit das Benetzungsverhalten auf einer Oberfläche. Um den Zusammenhang zwischen Rauigkeit, Benetzungsverhalten und möglicherweise der Eishaftung für die in dieser Arbeit untersuchten Oberflächen zu untersuchen, ist die Bestimmung der Oberflächenrauigkeit

nötig. Die Verfahren zur Bestimmung von Rauigkeitskennwerten werden in zwei Klassen unterschieden. Zum einen sind Verfahren möglich, die die Oberfläche mechanisch abtasten, zum anderen kommen berührungslose, optische Verfahren in Frage [34].

Bei der taktilen Untersuchung werden im sogenannten Tastschnittverfahren Tastgeräte mit Diamanttastspitze genutzt, die entweder als Handgeräte oder Vorschubapparate zur Realisierung regelbarer konstanter Vorschubgeschwindigkeiten ausgeführt sein können. In beiden Fällen fährt die Diamanttastspitze das Oberflächenprofil der Probe auf einer definierten Strecke ab [35]. Die Messsoftware wandelt die gemessenen Höhenunterschiede auf der Messstrecke in eine Höhenprofilinie um, aus der der gewünschte Rauigkeitswert errechnet werden kann. Ein Nachteil dieser Messmethode ist jedoch der hohe Zeitaufwand der Messungen, da die maximale Vorschubgeschwindigkeit begrenzt ist [35].

Einige der untersuchten Oberflächen in dieser Arbeit reagieren sehr sensibel auf äußere Beeinflussungen. Da aus Gründen der Reproduzierbarkeit vor der Messung der Eishaftkräfte möglichst wenige Änderungen zum Auslieferungszustand der Proben vorgenommen werden sollen, werden die berührungslosen, optischen Verfahren bevorzugt. Hierfür stehen drei verschiedene Arten von optischen Systemen zur Verfügung. Die konfokalen Profilometer und die Interferometer unterscheiden sich im Wesentlichen durch ihre Einsatzgebiete. Während die Interferometrie vorrangig für sehr glatte bis mäßig raue Oberflächen mit Rauheiten unter $1\mu\text{m}$ zum Einsatz kommt, ist es mit Hilfe von konfokalen Profilometern möglich, Oberflächen mit einer Rauigkeit im nm-Bereich zu analysieren [36]. Die Weißlicht-Interferometrie schafft eine Überschneidung beider Anwendungsbereiche, da sie zwar eine schlechtere vertikale Auflösung liefert, als die Interferometrie, jedoch auch für die Untersuchung von rauerer Oberflächen geeignet ist [36].

Konkret werden die gewünschten Rauigkeitskennwerte in dieser Arbeit durch die Oberflächenanalyse mit Hilfe eines softwaregestützten Lichtmikroskops ermittelt. Genutzt wird dazu ein konfokales optisches Profilometer des Typs PI μ von Hersteller Atos am Institut für Werkzeugmaschinen und Fertigungstechnik der TU Braunschweig. Bei der Rauigkeitsmessung tastet das Profilometer eine Messstrecke auf der Oberfläche optisch ab und speichert über die Höhenangaben, bei denen das Objektiv die Oberfläche am jeweiligen Messpunkt über den Autofokus scharf stellen kann, einen entsprechenden Höhenwert. Auf diese Weise lässt sich ein Oberflächenhöhenprofil für die Messstrecke erstellen. Aus diesem Profil lassen sich für die Testoberfläche mittels statistischer Auswertung die unterschiedlichen Rauigkeitskennwerte gemäß der Norm DIN EN ISO 4787 bzw. 4288 rechnerisch ermitteln. In

Abbildung 16 ist zur Verdeutlichung ein Höhenverlauf einer Rauigkeitsmessung mit fünf Einzelmessstrecken exemplarisch dargestellt.

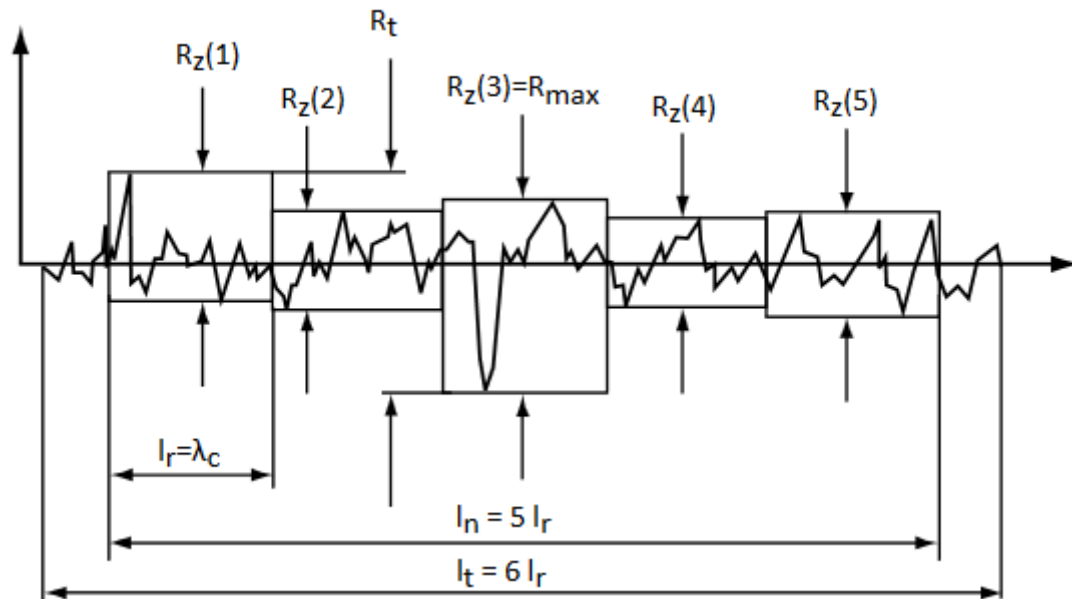


Abbildung 16: Schematische Darstellung einer Rauigkeitsmessung mit fünf Einzelmessstrecken l_i [37] und gemittelter Rautiefe R_z

R_z , die gemittelte Rautiefe, bezeichnet das arithmetische Mittel der Rautiefen der Einzelmessstrecken l_r und berechnet sich gemäß:

$$R_z = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R_z(i) \quad (2)$$

wobei $R_z(i)$ die Rautiefen der Einzelmessstrecken bzw. die Differenz aus der höchsten Profilschneide und dem tiefsten Profiltal in der Einzelmessstrecke darstellt [34]. R_{max} bezeichnet die maximale Einzelrautiefe der Gesamtmessstrecke [34]. Der arithmetische Mittenrauwert R_a ist das arithmetische Mittel aller Höhenwerte z innerhalb der Gesamtmessstrecke [34], berechnet sich also zu:

$$R_a = \frac{1}{l_n} \int_0^{l_n} |z(x)| dx \quad (3)$$

l_n entspricht dabei der Gesamtlänge der Messstrecke.

Der quadratische Mittenrauwert R_q ist der quadratische Mittelwert aller Höhenwerte z innerhalb der Messstrecke [34]:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l_n} \int_0^{l_n} |z^2(x)| dx} \quad (4)$$

Die gemessenen Rauigkeitskennwerte geben einen Aufschluss über die Oberflächengüte und werden zur Interpretation der Ergebnisse der Kontaktwinkel- und Eishaftkraftmessungen herangezogen.

4.2.2 Eisadhäsion

Zur Bestimmung von Eishaftkräften gibt es zahlreiche unterschiedliche Ansätze, die sich jedoch in zwei Kategorien, die Scherversuche und die statischen oder dynamischen Biegeversuche, unterscheiden lassen [24]. In diesem Kapitel werden einige bisher angewandten Verfahren kurz vorgestellt und das für diese Arbeit genutzte Verfahren der Scherkraftbestimmung im Zentrifugenteststand näher erläutert.

4.2.2.1 Scherversuche zur Ermittlung der Eishaftkräfte

Die Ermittlung der Scherkraft, die zum Ablösen einer Eisschicht von einer Oberfläche führt, ist technisch gerade im Bereich der Luftfahrt und der Windkraftindustrie besonders relevant, da die im Betrieb auftretenden Kräfte, die auf natürliche Weise zum Ablösen einer Eisschicht führen können, in der Regel entlang der Oberfläche wirken, also eine Scherbeanspruchung darstellen. Im Fall eines Flugzeugs ist es die auf die festgefrorenen Eispartikel wirkende Scherkraft, die aus der bei hohen Fluggeschwindigkeiten vorbeiströmenden Luft resultiert. Bei einer Windkraftanlage, aber auch bei den rotierenden Bauteilen von Flugantrieben, wirken rotationsbedingte Fliehkräfte entlang der Oberfläche auf eine anhaftende Eisschicht. Eine zusätzliche Komponente ist im Fall der senkrechtstehenden Rotorblätter einer Windkraftanlage die Einwirkung der Schwerkraft auf die Eisfläche, die ebenfalls eine Scherbelastung ergibt.

Die Relevanz der Scherbeanspruchung bei der Eisadhäsion führt dazu, dass sich ein Großteil früherer Studien mit Untersuchungsmethoden, die sich auf diese Art der Krafteinleitung konzentrieren, beschäftigt.

Erste Torsions-Scherversuche wurden von Raraty und Tabor im Jahr 1958 durchgeführt. Bei ihrem Versuchsaufbau werden runde Eisplatten auf zylinderförmige Probenkörper aufgefroren und durch Torsion abgesichert. Aus der eingeleiteten Torsion bis zum Abscheren wird auf die Scherfestigkeit des Eises auf der Prüfoberfläche geschlossen [26]. Der Vorteil eines

Torsionsversuch besteht im Wegfallen der Spannungspitzen im Kerbgrund, die bei Schubversuchen auftreten können. Allerdings entspricht die Torsionsbelastung zumindest in der Luftfahrt- und Winkraftindustrie nicht der realen Belastungen einer Eisschicht.

1960 beschrieb Jellinek einen Zug-Scherversuch. Zur Bestimmung der Eishaftkräfte wird Eis zwischen zwei runden Edelstahlplatten aufgebracht. Die Eisschicht wird von einem hohlen Metallzylinder umschlossen, der unter Zugbelastung die Eisschicht zwischen den beiden Edelstahlplatten herausschert [27]. Mit diesem Versuchsaufbau untersuchte Jellinek unter anderem den Temperatureinfluss auf die Eishaftkraft auf einer Edelstahlplatte. Dabei beobachtete er häufig ein kohäsives Abscheren von Teilen der Eisschicht [38]. Dies kann teilweise auch in der direkten, flächigen Krafteinleitung in die Eisschicht begründet liegen. Eine schematische Zeichnung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 17 zu sehen:

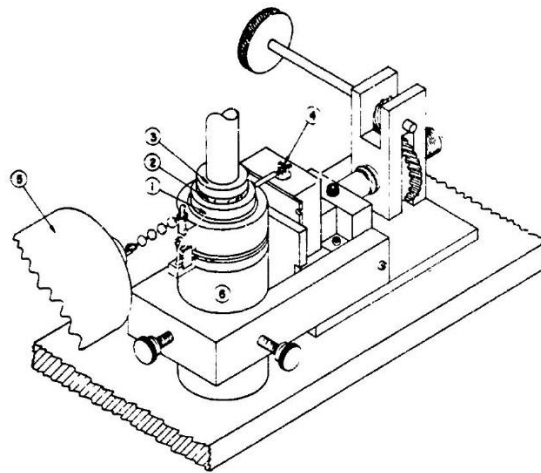


Abbildung 17: Zug-Scherversuch von Jellinek (1960) [27]

Bascom, Cottington und Singleterry beschrieben 1969 einen Druck-Scherversuch, der in seinem Aufbau dem Zug-Scherversuch von Jellinek ähnlich ist. Bei diesem Test wird ein Eisquader auf den Probekörper aufgefroren. Anschließend wird der Quader durch eine ihn umschließende Form und einen Hydraulikzylinder abgeschert. Die dazu nötige Schubspannung kann, wie auch bei Jellinek, durch die zum Abscheren notwendige Kraft und die Eisanhaftungsfläche ermittelt werden [28]. In Abbildung 18 ist der Versuchsaufbau inklusive aufgefrorenem Eisquader zu erkennen.

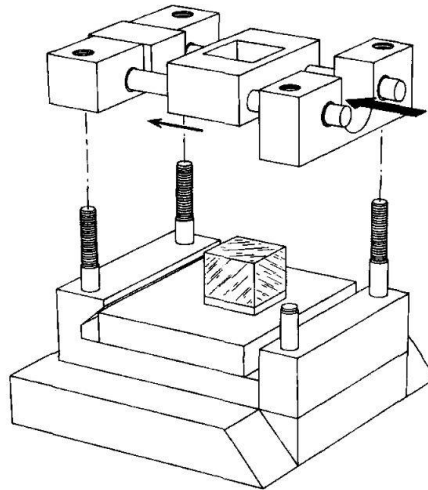


Abbildung 18: Druck-Scherversuch von Bascom et al. (1969) [28]

Eine Methode zur Eishaftkraftbestimmung, die mit dem Aufbringen einer Druckkraft arbeitet, wurde 1991 von Scavuzzo und Chu beschrieben. Für ihren Versuchsaufbau werden zwei ineinandergefügte Zylinder verwendet. Durch ein rechteckiges Fenster im äußeren Zylinder lassen sich im Windkanal verschiedene Arten von Eis an den inneren Hohlzylinder gefrieren. Der Versuch selbst wird bei Vereisungstemperaturen im Windkanal durchgeführt. Durch die Krafteinleitung eines Hydraulikzylinders wird der innere in den äußeren Zylinder gedrückt und so das Eis am inneren Zylinder abgesichert. Die Testmethode im Windkanal ermöglicht es, den Einfluss verschiedener Temperaturen auf die Adhäsionsfestigkeiten zu untersuchen [30]. Der genaue Versuchsaufbau ist in Abbildung 19 dargestellt.

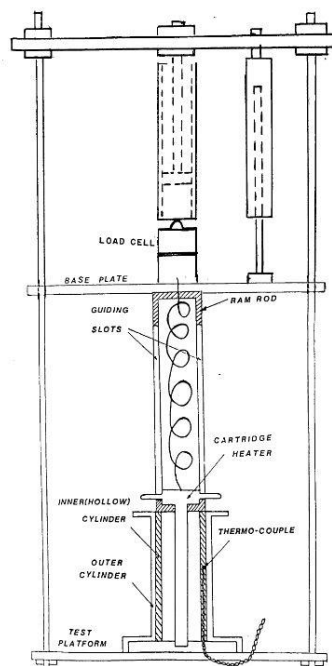


Abbildung 19: Druckversuch von Scavuzzo und Chu (1991) [30]

Analog zu den Versuchen von Jellinek und Bascom et al. erfährt die Eisprobe auch hier eine flächige Krafteinleitung, die einen kohäsiven Bruch der Eisschicht unter Umständen begünstigt.

Die Untersuchung der nötigen Scherkräfte zur Eisablösung wird in dieser Arbeit mittels einer Zentrifuge durchgeführt. Diese Analysemethode und ihre Vorteile werden in Kapitel 5.2.3 ausführlich erläutert.

4.2.2.2 Biegeversuche zur Ermittlung der Eishaftkräfte

Ein weiterer Mechanismus, der sowohl im Fall der Luftfahrt, als auch bei Windkraftträdern zur Ablösung einer Eisschicht von der gefrorenen Oberfläche führen kann ist die Durchbiegung der Oberfläche, an der die Eisschicht anhaftet. Kann die aufgefrorene Eisschicht die Durchbiegung nicht nachahmen, kann dies zur Delamination oder zum Bruch der Eisschicht führen. Eine Flugzeugtragfläche erfährt während des Fluges aufgrund ihrer elastischen Auslegung permanent eine Durchbiegung, da sie das Eigengewicht des Rumpfes tragen muss. Dabei ist die Tragfläche ständigen Schwingungen zum Beispiel aufgrund von schlagartigen Änderungen des Luftdrucks und damit der aerodynamischen Tragfähigkeit ausgesetzt. Dies kommt insbesondere bei unruhigen Wetterbedingungen, wie Turbulenzen, zum Tragen. Bei Windkraftanlagen kann die Durchbiegung der Rotorblätter durch Windböen und Änderung der Windgeschwindigkeit während des Betriebes verändert werden.

Aus diesem Grund konzentrieren sich weitere Eishaftungsuntersuchungsmethoden auf den Einfluss der Durchbiegung der Oberfläche auf die Eishaftung. Dabei wird zwischen statischen und dynamischen Prüfverfahren unterschieden.

Mit einem quasistatischen Biegeversuch bestimmte A. Reich 1991 die Bruchfestigkeit, die Adhäsionskraft und das Elastizitätsmodul von Klar- und Raueis [29]. Das Verfahren beruht auf einem Drei-Punkt-Biegeversuch, bei dem auf die zu biegende Stahl- oder Titanprobe eine Eisschicht aufgefroren wird. Dabei wird beobachtet, bei welcher Durchbiegung das Eis delaminiert [29].

Ein erstes dynamisches Prüfverfahren wurde 2000 von Blackburn, C. Laforte und J. Laforte beschrieben. Bei diesem Biegeversuch wird ein Aluminium-Balken mit einer Raueisschicht versehen, deren Dicke so gewählt wird, dass an der Grenzschicht zwischen Eis und Aluminium nur Schub- und keine Normalspannungen bei einer Durchbiegung erzeugt werden. Der zweischichtige Balken wird einseitig eingespannt und am anderen durch einen pneumatischen Kolben dynamisch angeregt. Die wechselnde Durchbiegung des Systems führt letztendlich zur

Delamination des Eises vom Metallträger. Die Adhäsionsscherkraft wird aus der gemessenen Dehnung der eisfreien Balkenseite berechnet [31].

4.2.2.3 Untersuchung der Eishaftkräfte mittels Zentrifugenteststand

Bisherige Untersuchungen Scherkraftuntersuchungen bezüglich der Eisadhäsion benutzen grundsätzlich Zug- oder Druck- Mechanismen zur Abscherung des Eises. Eine weitere Untersuchungsmethode für Eishaftkräfte stellt die Ermittlung von Scherkräften bzw. Schubspannungen mit Hilfe einer Zentrifuge dar.

Laforte und Beisswenger stellen in ihrer Studie von 2005 einen Messapparat vor, in dem ein 340 mm langer Aluminiumstab in einem Zentrifugentopf rotiert. Der Versuchsaufbau von Laforte und Besswenger ist in Abbildung 20 dargestellt.

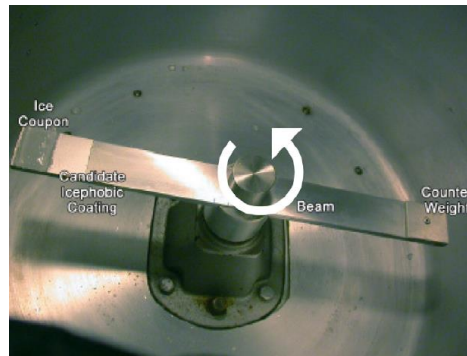


Abbildung 20: Zentrifuge zur Eishaftkraftbestimmung nach Laforte und Beisswenger [5]

Eine Zeichnung der Geometrie des Zentrifugenarms von Laforte und Besswenger wird mit den Maßen der Probenaufnahme in Abbildung 21 gezeigt.

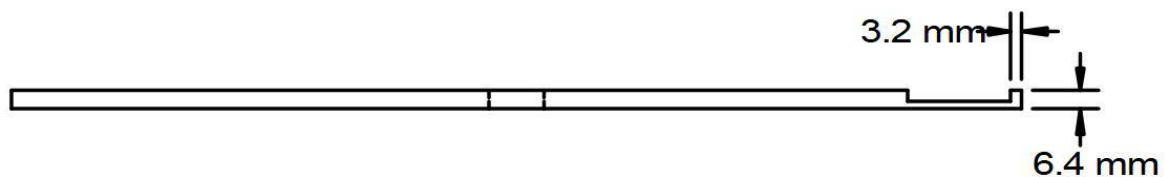


Abbildung 21: Zentrifugenarm nach Laforte und Beisswenger mit Aufnahmenut für Probeoberflächen [5]

An einem Ende des Stabes kann eine Probe mit einer beliebigen Beschichtung fixiert werden, auf der die abzulösende Eisschicht aufgebracht wird [5]. Der größte Vorteil eines solchen Versuchsaufbaus liegt in der frei wählbaren Geometrie der aufgefrorenen Eisschicht. Arbeitet man mit der Fliehkraft zum Ablösen des Eises, kann verhindert werden, dass die Kraft nur in einem Punkt oder einer Fläche eingeleitet wird. Vielmehr wirkt sie auf jedes einzelne Molekül im Eis, wobei auf dem Radius von innen nach außen einen steigender Kraftgradient auftritt.

Ein kohäsives Abscheren der Eisschichten ist im Vergleich zu den anderen vorgestellten Scherversuchen voraussichtlich unwahrscheinlicher, da durch die gleichförmige Krafteinleitung über das gesamte Eisvolumen durch die Zentrifugalkraft eine homogenere Kraftverteilung in der Eisschicht herrscht.

Die eigentliche Berechnung der zur Ablösung nötigen Scherkraft findet über die Ermittlung der Rotorendrehzahl zum Zeitpunkt des Ablösens des Eises statt.

Aus der Drehzahl n lässt sich die Winkelgeschwindigkeit ω mit Hilfe der Formel

$$\omega = 2\pi n \quad (5)$$

berechnen [5]. Diese ist zur Ermittlung der Scherkraft F_{Scher} notwendig, die sich aus

$$F_{Scher} = m r \omega^2 \quad (6)$$

ergibt [5]. m steht hierbei für die Masse des Eises. Der Radius r beschreibt den Abstand zwischen dem Rotationsmittelpunkt und dem Masseschwerpunkt des Eiskörpers, da die Zentrifugalkraft virtuell im Masseschwerpunkt eines rotierenden Körpers angreift [5].

Aus der Scherkraft kann weiterhin die Schubspannung τ entsprechend der Vorschrift

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (7)$$

berechnet werden, die die errechnete Scherkraft auf die vereiste Fläche A normiert.

Bei den angegebenen Werten für die Messergebnisse der Eishaftkraftuntersuchungen in dieser Arbeit werden zur Übersicht und Vergleichbarkeit stets die Eishaftkraftwerte angegeben. Dies ist möglich, da grundsätzlich die gleich Fläche von 8 mm x 8 mm vereist wird. Die den Scherkräften entsprechenden Schubspannungen sind dennoch in einer Übersicht auf Seite 90 im Anhang angegeben.

Während des Versuchs wird die Zentrifugendrehzahl gleichmäßig gesteigert, bis eine Delamination der Eisschicht erfolgt. Die Messung der Rotorendrehzahl geschieht im Versuchsaufbau permanent. Der Ablösezeitpunkt wird durch piezoelektrische Erschütterungssensoren bei Einschlag des Eises an der Zentrifugenaußenwand registriert [5].

Betrachtet man die Steigerung der Zentrifugendrehzahl über die Zeit, kann so die genaue Ablösedrehzahl rechnergestützt ermittelt werden. Da die genaue Ablösedrehzahl nun bekannt ist, kann mit Hilfe der Formeln 5 bis 7 die ablösende Scherkraft bzw. die entsprechende Schubspannung ermittelt werden.

4.2.3 Optische Analyse der Oberflächen

Für die Charakterisierung und Interpretation von Oberflächen können ebenfalls optische Analysemethoden verwendet werden. Hierbei stehen Verfahren im 2D-, sowie im 3D-Bereich zur Verfügung. Das Lichtmikroskop und das Rasterelektronenmikroskop (REM) dienen vorwiegend der Analyse des Aufbaus von Oberflächen. Der wesentlichste Unterschied zwischen diesen beiden Formen der 2D-Analyse liegt in der verwendeten Strahlung. Da die Wellenlängen eines Elektronenstrahls bedeutend kleiner als die Wellenlängen des Lichts sind, ist es mit dem REM möglich höhere Auflösungen zu verwirklichen und Oberflächen auf diese Weise genauer darzustellen [39]. Die durch ein Lichtmikroskop oder REM erstellten Aufnahmen können in erster Linie zur Beurteilung von Oberflächenfehlern und Strukturanalysen der betrachteten Proben genutzt werden.

Im 3D-Bereich stehen die bereits in Kapitel 4.2.1.2 beschriebenen optischen Analysemethoden zur Verfügung. Die konfokale Messtechnik kommt der Funktionsweise eines Lichtmikroskops sehr nahe, jedoch wird die Probe nicht in Gänze beleuchtet, sondern mit Hilfe eines Strahlenteilers und einer Lochblende kleinste Bereiche der Probe optisch abgetastet [36]. Während bei einem Lichtmikroskop auch die Bereiche beleuchtet werden, die nicht fokussiert sind, bewirkt der Aufbau der konfokalen Mikroskopie, dass ausschließlich die scharf fokussierte Ebene betrachtet wird [36]. Die unscharfen Ebenen werden auf diese Weise ausgeblendet und so schrittweise Bilder mit einem sehr hohen Kontrast erstellt, die anschließend zu einem dreidimensionalen Bild zusammengefügt werden können [40].

Die Interferometrie hingegen nutzt die Überlagerungen von Wellen zur Messung von beispielsweise Längen und Winkeln [41]. Ein Sender strahlt eine ebene Welle, z.B. eine Lichtwelle aus, die durch eine halbtransparente Platte in zwei Wellen geteilt wird. Beide Teilwellen – die von der Platte reflektierte und die Welle, die die Platte passiert – werden von Spiegeln zurück zum Strahlenteiler reflektiert und schließlich zum Empfänger gelenkt. Die Wellen überlagern sich im Bereich zwischen Strahlenteiler und Empfänger und bilden auf diese Weise eine Interferenz. Durch die stetige Verschiebung eines Spiegels kann das Signal, das der Empfänger erhält variiert und die Wellenlänge der untersuchten, ebenen Welle ermittelt werden [41].

Variiert wird in der Interferometrietechnik vor allem die eingesetzte Wellenart, vorrangig werden Lichtwellen eingesetzt, da elektromagnetische Wellen nicht beliebig lang sind und es durch zu große geometrische Wegdifferenzen dazu kommen kann, dass keine Interferenzen entstehen [41].

5 Material und Methodenauswahl

Zur Charakterisierung der Anti-Icing-Eigenschaften der verfügbaren Oberflächen, sollen in diesem Kapitel die genutzten Analysemethoden so festgelegt werden, dass möglichst reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden können. Dies beinhaltet die Gestaltung der Kontaktwinkelmessungen, der Optimierung des Testverfahrens für die eigentlichen Eishafkraftmessungen in der Zentrifuge, sowie abschließend die Auswahl des Probenmaterials anhand der Voruntersuchungen.

5.1 Versuchsparameter der Kontaktwinkelmessung

In der Literatur gibt es zahlreiche verschiedene Ansätze zur Messung des statischen Kontaktwinkels. Die zu variierenden Parameter sind vor allem die Applikationsmethode des Tropfens, das Tropfenmedium, die Anzahl der genommenen Messwerte, das Tropfenvolumen und die Zeitspanne zwischen Aufbringen des Tropfens und der eigentlichen Messung. Bei der Sessile-Drop-Methode wird der Tropfen entweder von der Dosiereinrichtung auf der zu testenden Oberfläche abgesetzt, oder der bewegbare Probenrätgertisch wird vorsichtig in die Nhe der Dosiervorrichtung gefahren, sodass der an der Kanlenspitze hngende Tropfen abgeholt wird. Da die automatische Basislinienerkennung der Analysesoftware des OCA 20 in der Praxis nur selten die tatschliche Probenoberflche erkennt, ist es von Vorteil den Tropfen behutsam auf der Oberflche abzusetzen, da der Probenrätgertisch so in gleicher Hhe Belassen werden kann. Somit ist die manuelle Neupositionierung der Basislinie nicht bei jedem Messvorgang erforderlich, stattdessen werden nur selten kleine Korrekturen ntig. Die Auswahl von Wasser als Testmedium ist in der Themenstellung der Arbeit begrndet. Um jedoch mglichst vergleichbare Ergebnisse zu erzielen wird im Ionentauscher deionisiertes, also gefiltertes und entsalztes Wasser verwendet, dessen elektrische Leitfhigkeit ber die Versuche hinweg konstant gehalten wird. Bei den durchgefhrten Versuchen wird Wasser mit einer Leitfhigkeit von etwa $0,05 \mu\text{S}/\text{cm}$ verwendet. Grundstzlich werden die Kontaktwinkelmessungen in dieser Arbeit in Anlehnung an die Literatur [19], wenn mglich an zehn Messpunkten auf der Oberflche wiederholt. Fr Proben kleineren Ausmases werden aus Platzmangel bei mindestens fnf Tropfen die Kontaktwinkel gemessen. Aus den wiederholten Messungen werden das arithmetische Mittel und die zugehrige Standardabweichung berechnet.

Die Versuchstemperatur liegt konstant auf einer Raumtemperatur von 24°C. Die Auswahl des Tropfenvolumens kann das Messergebnis beeinflussen und ist daher genauer zu betrachten. Zur Ermittlung eines geeigneten Tropfenvolumens wird zunächst der Volumeneinfluss auf den gemessenen Kontaktwinkel untersucht. Dazu wird eine Testreihe auf einer Beispielprobe durchgeführt, bei der das Tropfenvolumen im Bereich von 10 µl bis 25µl variiert wird. Verwendet wird dafür eine leicht hydrophobe Probe des Fraunhofer-Instituts für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik (IGB), eine mit Polyurethanfolie bespannte Aluminiumplatte, wobei die Folienoberfläche mit Fluoroform (CHF₃) behandelt ist. Für die unterschiedlichen Tropfenvolumina ergeben sich gemittelte Kontaktwinkel im Bereich von 84,01° bis 95,26°. Abbildung 22 fasst die Ergebnisse der Volumenuntersuchung grafisch zusammen.

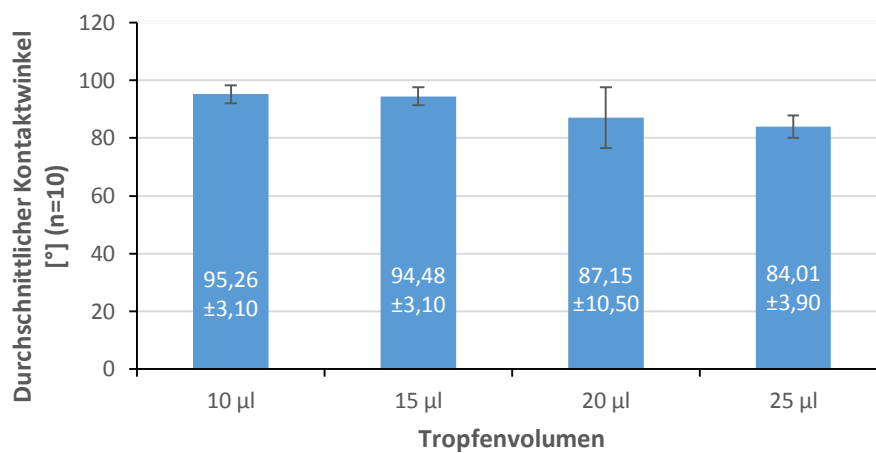


Abbildung 22: Einfluss des Tropfenvolumens auf den gemessenen Kontaktwinkel

Es zeigt sich ein klarer Trend, dass bei zunehmendem Tropfenvolumen der Kontaktwinkel kleiner wird. Dies liegt im zunehmenden Eigengewicht der Tropfen begründet. Übersteigt der Schwerkrafteinfluss die Wirkung der Oberflächenspannung des Wassers, die den Tropfen in seiner Kontur hält, wird der Tropfen durch sein Eigengewicht zusammengedrückt. Auf diese Weise entsteht, unabhängig von der untersuchten Oberfläche eine flachere Tropfenkontur und somit ein kleinerer Kontaktwinkel.

Der maximale Radius, den ein Tropfen annehmen darf, ohne sich durch sein Eigengewicht zu verformen, wird durch das Tropfenvolumen und das Tropfengewicht bestimmt. Dieser entspricht der Kapillarlänge κ^{-1} und berechnet sich gemäß folgender Formel [42]:

$$\kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\gamma_W}{\rho \cdot g}} \quad (8)$$

γ steht dabei für die Oberflächenspannung des Wassertropfens, ρ für die Dichte des Wassers und g für die Erdbeschleunigung stehen [43]. Mit einer Oberflächenspannung von $\gamma = 0,07275$ mN/m und einer Wasserdichte von $\rho = 998,203$ kg/m³ ergibt sich ein maximaler Radius entsprechend der Kapillarlänge von $\kappa^{-1} = 2,674$ mm [42]. Liegt der Radius des aufgetragenen Tropfens unterhalb dieser Länge, ist die Wirkung der Oberflächenspannung groß genug, dass das Eigengewicht vernachlässigt werden kann [42]. Ein Tropfenvolumen von 10 µl entspricht bei der obigen Volumentestreihe einem gemessenen Radius von ca. 2,3 mm bei einem abgelegten Tropfen. Daher wird dieses Tropfenvolumen für alle Kontaktwinkelmessungen dieser Arbeit zugrunde gelegt. Kleinere Tropfenvolumina werden nicht genutzt, da mit abnehmendem Volumen die prozentuale Verdunstungsrate des Wassertropfens während der Messung zunimmt, wie die Betrachtung der Kontaktwinkel im Zeitverlauf zeigt (vgl. Kapitel 5.1).

Die Zeitspanne vom Absetzen des Wassertropfens auf der Oberfläche bis zur Messung des Kontaktwinkels wird allgemein sehr unterschiedlich gewählt und viel diskutiert. Dies reicht von der sofortigen Messung des Kontaktwinkels bis zu einer Wartezeit nach der sich bei der Wassertropfenkontur ein vermeintlich statischer Gleichgewichtszustand eingestellt hat [33]. Analog zur Untersuchung des Tropfenvolumens wird eine Testreihe auf der gleichen Polyurethan-Oberfläche durchgeführt, bei dem der Kontaktwinkel in bestimmten Zeitabständen wiederholt gemessen wird. In Abbildung 23 ist exemplarisch der Verlauf einer solchen Messung für einen Tropfen von 10 µl über die Dauer von zehn Minuten dargestellt.

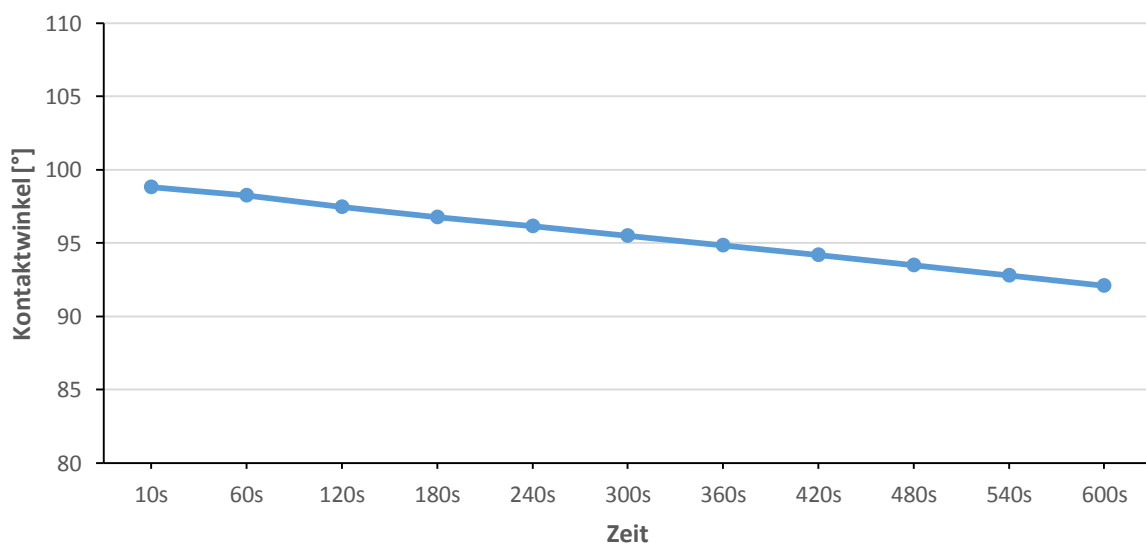


Abbildung 23: Messung des Kontaktwinkels eines Wassertropfens im Zeitverlauf

Es zeigt sich, dass der Kontaktwinkel mit fortschreitender Zeit nahezu linear abnimmt. Dabei bewegt er sich in einem Intervall von $98,8^\circ$ (10 Sekunden nach Kontakt mit der Oberfläche) bis $92,1^\circ$ (nach 600 Sekunden). Der lineare Zusammenhang zwischen Kontaktwinkel und Zeit ist streng negativ korreliert. Der Korrelationskoeffizient nach Pearson beträgt $-0,9998$. Die durchschnittliche Änderungsrate des Kontaktwinkels beträgt $0,68^\circ/\text{min}$. Da die Analysesoftware das Tropfenvolumen durch symmetrische Rotation der Seitenansicht schätzen kann, ist es möglich parallel eine Aussage über das Verhalten des Tropfenvolumens über die Zeit treffen zu können. Hier wird der Verdunstungseffekt deutlich, denn auch das Tropfenvolumen ist mit einer geschätzten durchschnittlichen Volumenabnahme von $0,217$ stark negativ mit der Zeit korreliert (Korrelationskoeffizient $-0,9998$).

Bei der Analyse des Verhaltens des Tropfenvolumens im Zeitverlauf, wird deutlich, dass sich zumindest bei der untersuchten Beispieloberfläche zu keinem Zeitpunkt ein statischer Zustand einstellt. In den Abbildungen 24 und 25 sind die Tropfenkonturen nach 10 und 600 Sekunden dargestellt und auf den vergrößerten Bildern in der Längeneinheit der Bilder bemaßt.

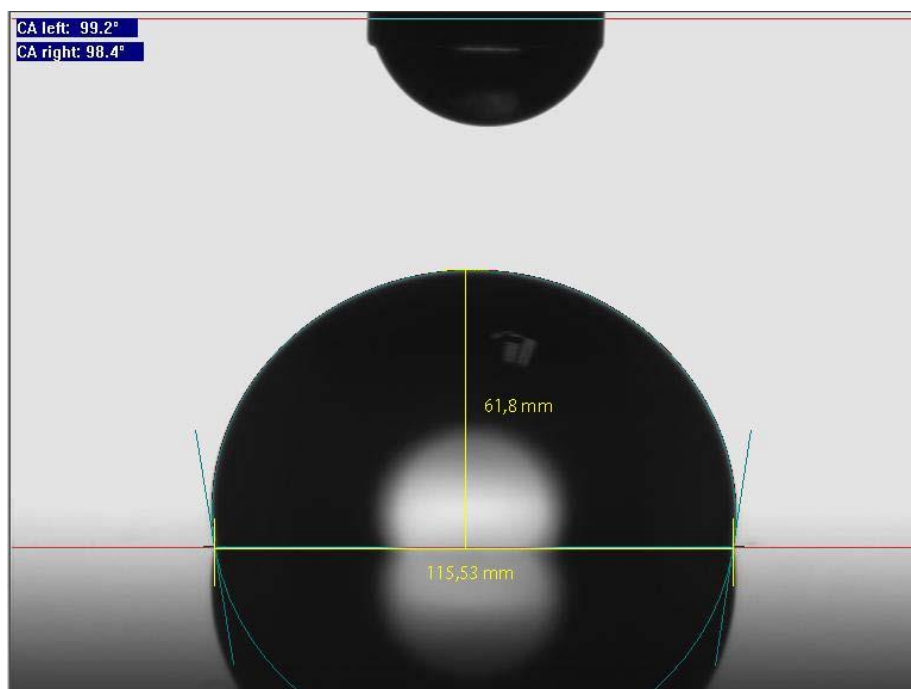


Abbildung 24: Aufnahme des Kontaktwinkels mit Basislinienlänge und Tropfenhöhe im Maßstab der vergrößerten Aufnahme nach 10 Sekunden

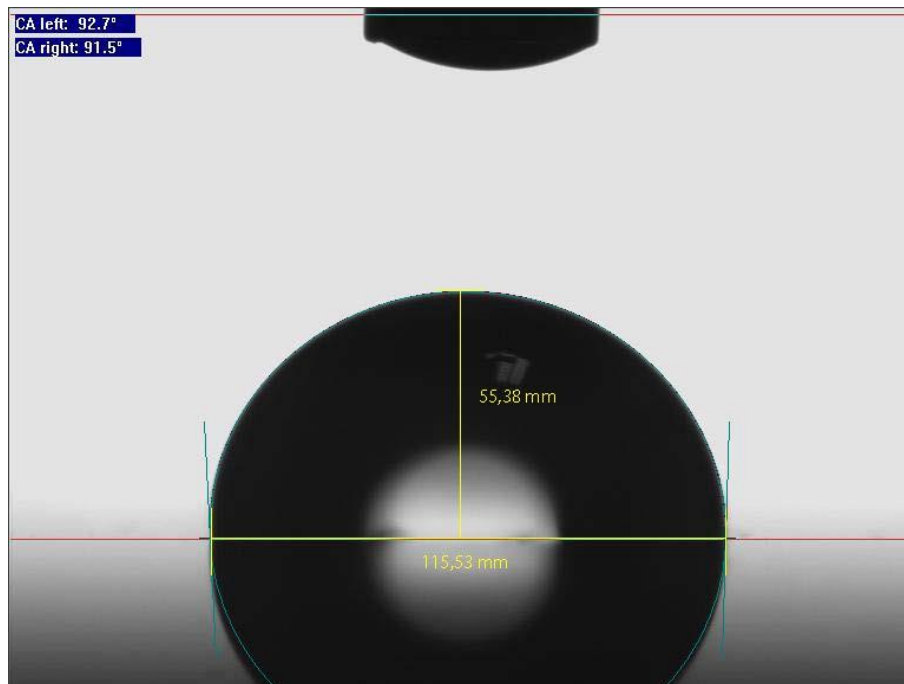


Abbildung 25: Aufnahme des Kontaktwinkels mit Basislinienlänge und Tropfenhöhe im Maßstab der vergrößerten Aufnahme nach 600 Sekunden

Betrachtet man vergleichend die beiden Aufnahmen des Wassertropfens, so wird deutlich, dass die gemessene Länge der Basislinie und damit die Kontaktfläche über die Zeit gleich groß bleibt, während durch die Verdunstung die gemessene Tropfenhöhe bei der Aufnahme nach 600 Sekunden im Vergleich zur Aufnahme des Tropfens nach zehn Sekunden abnimmt. Der Tropfen wird also oberhalb der Kontaktfläche mit der Zeit schmaler, während die Kontaktfläche gleich groß bleibt. Aus diesem Grund ist davon auszugehen, dass die Abnahme des Kontaktwinkels über die Zeit hauptsächlich von dem Verdunstungseffekt beeinflusst wird. Für die weiteren Wiederholungsversuche auf derselben Oberfläche zeigen sich identische Ergebnisse.

Damit der Verdunstungseffekt die Kontaktwinkelmessung möglichst wenig beeinflusst, wird für diese Arbeit ein möglichst kurzes Zeitintervall nach Aufbringen des Tropfens bis zur Messung gewählt. Da die Basislinie jedoch meist vor der Messung manuell angepasst werden muss, wird ein Abstand von zehn Sekunden gewählt, der bei jeder Messung einzuhalten ist.

5.2 Vereisungsversuche

Für die Vergleichbarkeit der Untersuchungen von Eishaftkräften an einer Oberfläche ist es notwendig, das Eis, das für die Versuche verwendet wird stets auf die gleiche Weise herzustellen, um immer konstante Eiseigenschaften zu gewährleisten. Wie beschrieben kommen dazu die drei Eisarten Klareis, Raueis und Mischeis in Frage. Da Mischeis

vermeintlich in seinem Aufbau am stärksten variiert, wird sich in dieser Arbeit auf die Herstellung von Klareis ohne Lufteinschlüsse und einem raueisähnlichen Eisaufbau, bei dem Lufteinschlüsse zugelassen werden, beschränkt.

Gemäß der Literatur kommen dabei zwei Ansätze zur Herstellung von Probeneis für Eisdhäsionsversuche in Frage [38] [5]. Eine Methode die Testeisschicht herzustellen, ist das sukzessive Auffrieren einer Eisschicht in der Luftströmung eines Eiskanals durch das einspritzen von Wasser in den kalten Luftstrom [5]. Dies kommt den realen Bedingungen, wie sie zum Beispiel während des Reisefluges eines Verkehrsflugzeuges oder bei einem rotierenden Rotor einer Windkraftanlage auftreten können, nahe. Problematisch bei dieser Vereisungsstrategie ist allerdings die Vielzahl der zu kontrollierenden Parameter, die bei der Vereisung in jedem Versuchsdurchlauf identisch einzustellen sind, damit reproduzierbare Eisschichten für die Messung hergestellt werden können.

Zu diesen Parametern gehört zum Beispiel die Temperatur während des Vereisungsvorgangs, die durch das Einspritzen von Wasser beeinflusst werden kann. Die Temperatur, mit der der feuchte Luftstrom auf die Oberfläche trifft ist nur schwer messbar. Weitere zu regelnde Parameter sind die Windgeschwindigkeit, die auch den beim Gefrieren herrschenden Luftdruck beeinflusst, der mittlere Volumendurchmesser der Wassertröpfchen bzw. der „mean volumetric diameter“ (MVD), sowie der Massenanteil der Wassertröpfchen bzw. der Liquid Water Content (LWC) im Luftstrom [11]. Die Kombination dieser Parameter bestimmt den Aufbau, die Eisart und die Geometrie der aufgefrorenen Eisschicht.

Insbesondere die Eisschichtgeometrie stellt bei dieser Form der Vereisung ein potenzielles Problem dar. Wie bei der Beschreibung des Versuchsaufbaus der Zentrifugentests erläutert, ist zur Ermittlung der für die Eisdelamination verantwortlichen Schubspannung die genaue Kenntnis der Eismasse, die Größe der Kontaktfläche zwischen Eis und Oberfläche, sowie die genaue Position des Masseschwerpunktes der Eisschicht erforderlich. Bei der Vereisung im mit Wasser injizierten Luftstrom kann es vorkommen, dass sich die Eisschicht nicht regelmäßig auf der Oberfläche anlagert. Dies äußert sich in einer unregelmäßigen Schichtdicke. Zusätzlich können Wassertröpfchen, die nicht unmittelbar an ihrer Aufschlagstelle gefrieren entlang der Strömung verlaufen, im schlechtesten Fall über die Probenkante hinweg fließen, und an der Probenaußenseite gefrieren. Dies führt zu einer undefinierten Haftfläche und damit zu einer fehlerhaften Berechnung der Scherkraft, die zur Ablösung nötig ist. Auch die exakte Lage des Massenschwerpunktes ist bei einer unregelmäßigen Eisschichtgeometrie schwer zu bestimmen. Daher ist es von Vorteil eine einfache, immer gleiche und symmetrische Eisschichtgeometrie zu nutzen.

Aufgrund der aufwendig zu kontrollierenden Bedingungen, die dazu nötig sind, die Eisschicht nach dem Sprühverfahren mit immer identischen Konturen und Eisstrukturen aufzubringen, wird in dieser Arbeit mit einem Verfahren gearbeitet, bei dem die regelnden Randbedingungen überschaubarer und leichter zu kontrollieren sind. Bei dieser alternativen Methode wird das Eis als stehendes Wasser auf die Testoberfläche aufgefroren. Dies kann in einer Kältekammer oder in einem Tiefkühlschrank geschehen. Es wird in Kauf genommen, dass sich die Vereisungsmethode im Vergleich zur Sprühmethode, bei der die Testoberflächen vom Medium umströmt werden, realitätsferner verhält, um unter Laborbedingungen bei den Vergleichsmessungen eine möglichst gut reproduzierbare und geometrisch definierte Eisschicht zu erhalten. Da diese Arbeit zum Erarbeiten von Erkenntnissen über die Auswirkungen von Oberflächeneigenschaften auf die Stärke der Eisadhäsion dient, wird dieses Verfahren in dieser Arbeit in den Testläufen zur Eishaftkraftbestimmung beibehalten.

Das eigentliche Auffrieren des Eises auf die Oberfläche erfolgt mit Hilfe von Silikonformen, in deren Mitte eine quadratische Aussparung mit einer Grundfläche von 8x8 mm vorhanden ist. Hergestellt werden die Formen in einer aus Aluminium gefertigten Negativform. Bei dem gewählten Silikon handelt es sich um Elastosil® M 4642 des Herstellers Wacker Silicones. Zur Herstellung des Silikons werden zwei Komponenten verwendet. Die Hauptkomponente ist eine unvulkanisierte Kautschuk-Mischung. Bei der Herstellung hinzugefügt werden muss ein Härterkomponente, die einen Platinkatalysator [44] enthält. Das Mischungsverhältnis von Hauptkomponente zu Härterkomponente entspricht einem Massenverhältnis von 10:1. Die zusammengegebenen Komponenten werden mit einem Rührwerk gründlich vermischt und anschließend zur Vermeidung von Lufteinschlüssen in einem Exsikkator im Vakuum entgast und in die Form gegeben. Die Silikonmischung härtet über eine Polyadditionsreaktion innerhalb von ca. acht Stunden bei Raumtemperatur an der Luft aus [44].

Bei der Vereisung werden die Silikonformen auf die Probenkörper aufgelegt und in der mittigen Aussparung mit einem definierten Wasservolumen befüllt. Auf diese Weise entsteht eine definierte Eisgeometrie. Die Schichtdicke des aufgefrorenen Eises kann über das in die Silikonformen eingefüllte Wasservolumen bestimmt werden. Die Formen erlauben dabei Schichtdicken bis zu 9 mm.

Bei der Entformung der Silikonform von der Eisschicht zeigt sich gerade auf Oberflächen mit geringer Eishaftung, dass ein einseitiger Einschnitt der Form notwendig ist, damit die Form auseinanderziehbar ist und somit während der Entformung keine Vorkraft auf die Eisschicht ausgeübt wird. Trotz des Einschnittes sollte bei der Entformung der Eisschicht mit großer

Vorsicht vorgegangen werden. Eine der genutzten Silikonformen mit Entformungseinschnitt ist in Abbildung 26 zu sehen.

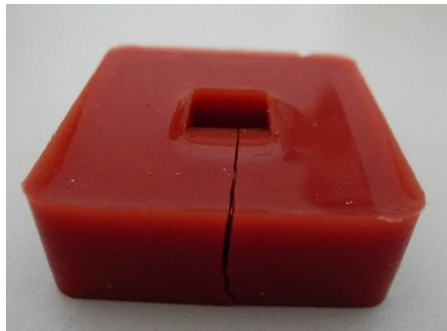


Abbildung 26: leicht geöffnete Silikonform

Zur Findung der Parameter zur Eisschichtherstellung wird eine Vorversuchsreihe durchgeführt, bei der Eisschichten mit unterschiedlichen Charakteristika auf eine unbehandelte, gewalzte Aluminiumprobe aufgefroren werden. Hieraus wird die für die Versuche geeignetste Eisschicht ausgewählt. Die Eigenschaften, die während dieser Versuchsreihe variiert werden sollen, sind die Eisschichtdicke und die Herstellung von Klareis und raueisähnlichen Eisschichten mit Lufteinschlüssen. Regelbare Stellparameter sind das Tropfenvolumen, über das die Schichtdicke eingestellt wird, die Temperatur während des Gefriervorgangs, die Temperatur von Probenkörper, Silikonform und Wasser zu Beginn des Gefriervorgangs, sowie der Anteil der im Wasser gelösten Luft und Fremdpartikel.

Literaturrecherchen im Bereich der Kühltechnik zeigen, dass insbesondere die Klareisherstellung ohne Lufteinschlüsse durch einfachen Wärmeentzug technisch anspruchsvoll ist [45]. Dies hängt in erster Linie mit der temperaturabhängigen Löslichkeit von Luft in Wasser bzw. Eis zusammen. Die Luftlöslichkeit in Wasser nimmt zunächst mit abnehmender Temperatur zu und erreicht ihr Maximum kurz vor dem Gefrierpunkt. Bildet sich nun die feste Eisphase, nimmt die Löslichkeit für Luft schlagartig ab und führt bei weiter sinkender Temperatur zur Unterschreitung der Löslichkeitsgrenze unter Ausbildung von Luftbläschen [46]. Wieviel der enthaltenden Luft sich während des Gefriervorgangs in Form von Bläschen ausgast, hängt demnach von der Gefriereschwindigkeit ab, die wiederum von der Differenz zwischen Wasser- und Umgebungstemperatur beeinflusst wird [46]. Hohe Temperaturdifferenzen führen aufgrund einer besseren Wärmeübertragung zu schnelleren Gefriereschwindigkeiten. Dies bewirkt in der Regel, dass die Diffusionsrate der Luft während des Gefriervorgangs nicht groß genug ist, damit sämtliche, nicht lösliche Luftmoleküle entweichen können, das Eis jedoch schon erstarrt und so Lufteinschlüsse innerhalb der Eisschicht verbleiben. Zu erwarten ist also, dass zur Herstellung von Klareisschichten mittels

der Gefriermethode im Tiefkühlschrank moderate Minustemperaturen und damit geringe Gefriereschwindigkeiten notwendig sind.

Bei der Vereisung wird, analog zur Kontaktwinkelmessung, mit deionisiertem Wasser mit einer elektrischen Leitfähigkeit von ca. 0,05 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gearbeitet, um eine gleichbleibende Wasserqualität zur Reproduzierbarkeit der Versuche zu gewährleisten. Das flüssige Wasser wird mit einer Eppendorf Pipette in die Silikonform eingefüllt, damit möglichst bei jedem Versuch nahezu die gleiche Wassermenge zu einer Eisschicht gefroren wird.

Zur Herstellung von Klar- und Raueis wird in einer Vorversuchsreihe unterschiedlichen Gefriertemperaturen und Eisschichtdicken experimentiert. Um die Struktur des hergestellten Eises optisch besser auswerten zu können, wird vorerst mit einer konstanten Eisschichtdicke von ca. 8 mm, entsprechend einem eingefüllten Wasservolumen von 350 μl , gearbeitet, wobei sich die Aluminiumprobe, die Silikonform und das Wasser bei Befüllung der Form auf Raumtemperaturniveau befinden. Die fertig befüllten Formen werden in eine Tiefkühltruhe gegeben. Variiert wird zunächst die Versuchstemperatur, um die Auswirkung der Gefriertemperatur auf die Menge der im Eis verbleibenden Luft zu untersuchen. Konkret durchgeführt wird die in **Tabelle 1** dargestellte Versuchsreihe.

Tabelle 1: Parameter der Vereisungsversuche zur Temperatureinflussermittlung.

Versuchstemperatur [°C]	Eingefülltes Wasservolumen [μl]	Temperatur der Alu- Probe zu Beginn [°]	Verwendetes Wasser
-5	350	24	deionisiert
-15	350	24	deionisiert
-25	350	24	deionisiert

Zur besseren Nachvollziehbarkeit des Gefriervorgangs wird der Versuchsaufbau in der Draufsicht in Echtzeit von einer Kamera aufgezeichnet. Ein entsprechendes Videobild des Aufbaus zu Beginn des Vereisungsversuches ist in Abbildung 27 zu sehen.

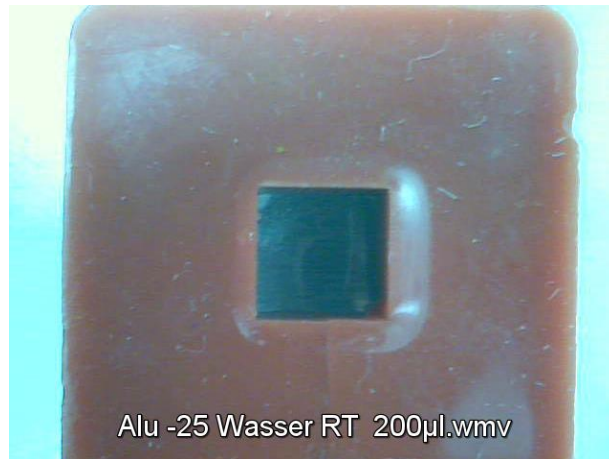


Abbildung 27: Videoaufnahme des Versuchsaufbaus für die Gefrierversuche

Abbildung 28 zeigt einen auf diese Weise hergestellten Eisblock bei einer Umgebungstemperatur von -25°C .



Abbildung 28: Bei -25°C gefrorener Eisblock: Schichtdicke ca. 8 mm; Alu-Probe zu Beginn auf Raumtemperatur

Die Lufteinschlüsse in der Eisschicht sind hier deutlich zu erkennen. Gerade an der relevanten Kontaktfläche zwischen Eis und Aluminiumprobe ergibt sich flächig eine trübe, mit Lufteinschlüssen durchsetzte raueisähnliche Eisschicht. Anhand der Eisblockgeometrie, mit der aufgeplatzten Spitze an der Oberfläche wird deutlich, dass die im Wasser gelöste Luft während des Gefriervorganges versucht zu entweichen, die Oberfläche jedoch so schnell gefriert, dass dieses Entweichen verhindert wird. Bei der Auswertung der Videoaufnahme ist

zu erkennen, dass einige Luftblasen kurzzeitig die angefrorene Eisdecke an der Oberfläche durchbrechen können, wodurch sich an der Wasseroberfläche eine schroffe, aufgeplatzte Eisspitze bildet. Bei niedrigen Gefriertemperaturen (z.B. -25°C) ist durch die hohe Gefriereschwindigkeit mit einer hohen Konzentration von Lufteinschlüssen zu rechnen. Allerdings ergibt sich bei den gewählten Versuchsparametern auch für die höheren Gefriertemperaturen von -15°C und -5°C ein ähnliches Bild. Daher reicht die einfache Variation der Temperatur und damit der Gefriereschwindigkeit zur Vermeidung von Lufteinschlüssen bei der Klareisherstellung nicht aus.

Im Bereich der Klimatechnik für den Haushaltsbedarf existieren Verfahren, die zur Herstellung von Klareiswürfeln unter der Vermeidung von Lufteinschlüssen verwendet werden [45]. Bei diesen Verfahren treten zwei Mechanismen in den Vordergrund. Zum einen muss das Eis von innen nach außen gefrieren, sodass die an der Luft befindliche Oberfläche zuletzt gefriert. Dies ermöglicht, dass die sich ausscheidenden Luftmoleküle bis zum Abschluss des Gefrierverfahrens unter Bläschenbildung durch die gefrierende Wassermenge hindurch diffundieren und somit entweichen können [45]. Zum anderen können die Lufteinschlüsse sich wesentlich besser ausscheiden, wenn die Diffusionswege möglichst kurz gehalten werden. In der Haushaltstechnik wird dies erreicht, indem Kühlfinger mit Wasser umspült werden, an denen sich sukzessive dünne Eisschichten ablagern [45]. Je geringer dabei die Schichtdicke ist, desto weniger Restluft bleibt in dem Eis vorhanden. Auf diese Weise kann Schicht für Schicht ein Klareiswürfel für den Hausgebrauch gefroren werden [45].

Übertragen auf den Versuchsaufbau für diese Arbeit, gilt es also sicherzustellen, dass der herzustellende Klareisblock von der Werkstoffoberfläche aus nach oben hin zur Kontaktfläche zwischen Wasser und kalter Luft hin gefriert. Da ein sukzessives Auffrieren in dünnen Schichten aufgrund des Maßstabes des Eisblocks, sowie die Möglichkeit zum Umspülen eines Kühlaggregats dieser Abmaße nicht in Frage kommt, wird zur Klareisherstellung die zu vereisende Materialprobe auf die Gefriertemperatur heruntergekühlt, damit der Gefriervorgang von der Probenoberfläche aus eingeleitet wird. Anschließend wird die Silikonform aufgebracht und das Wasser eingefüllt. Zusätzlich wird eine geringe Eisschichtdicke angestrebt, die kurze Diffusionswege für die Luftmoleküle ermöglicht. Dabei ist jedoch darauf zu achten, dass die Eisschichtdicke und damit die Masse der Eisblöcke nicht so weit herabgesetzt werden, dass die in der Zentrifuge erzeugte Fliehkraft zum Ablösen des Eises von den Proben nicht mehr ausreicht. Um die Voraussetzungen zur Herstellung von Klareis weiter zu optimieren, wird dafür gesorgt, dass sich schon zu Versuchsbeginn ein möglichst geringer Luftanteil in dem verwendeten Wasser befindet. Zu diesem Zweck wird das zuvor deionisierte Wasser unter Vakuum in einem Exsikkator bei einem Druck von ca. 0,7 mbar so lange entgast, bis optisch

keine sich ausscheidenden Luftblasen mehr erkennbar sind. Die Durchführung der Wasserentgasung zeigt, dass dieser Zustand in der Regel spätestens nach 15 Minuten erreicht ist.

Die Angepassten Versuchsbedingungen zur Klareisherstellung sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Parameter der angepassten Versuchsreihe zur Klareisherstellung.

Versuchstemperatur [°C]	Eingefülltes Wasservolumen [μl]	Temperatur der Alu-Probe zu Beginn [°]	Verwendetes Wasser
-5, -15, -25	350	-5, -15, -25	deionisiert + entgast
-5, -15, -25	300	-5, -15, -25	deionisiert + entgast
-5, -15, -25	250	-5, -15, -25	deionisiert + entgast
-5, -15, -25	200	-5, -15, -25	deionisiert + entgast
-5, -15, -25	150	-5, -15, -25	deionisiert + entgast
-5, -15, -25	100	-5, -15, -25	deionisiert + entgast

Einige der der Versuche zur Herstellung von Klareis aus Tabelle 2 liefern bessere Ergebnisse als in der ersten Versuchsreihe. Entsprechend des Vorgehens in der Literatur zeigen besonders die Eisblöcke mit geringen Schichtdicken aufgrund kurzer Diffusionswege ein klares, durchsichtiges Erscheinungsbild. Auffällig ist jedoch, dass der Versuch bei der tiefsten Temperatur von -25° wiederholbar das klarste Eisbild abgibt. Dies widerspricht der Prämisse, dass bei einem langsamen Gefriervorgang mehr Luft entweichen kann. Die hohe Temperaturdifferenz zwischen Probenplatte und Wasser scheint aber notwendig zu sein, damit der Gefriervorgang von unten nach oben abläuft. Auf den Videoaufnahmen bei höheren Gefriertemperaturen ist zu sehen, dass sich zunächst an der Grenzfläche zwischen Wasser und Luft eine Eisschicht bildet und der Bereich unterhalb der Oberfläche erst später auskristallisiert. Hier treten wie zuvor erhebliche Lufteinschlüsse und eine aufgeplatzte Oberfläche auf.

Abbildung 29 zeigt einen bei -25°C und vorgekühlter Probe hergestellten Klareisblock mit einer Schichtdicke von ca. 3,5 mm (200μl eingefülltes Wasservolumen).



Abbildung 29: Bei -25°C gefrorener Klareislock: Schichtdicke ca. 3,5 mm; Alu-Probe zu Beginn auf -25°C; Wasser zuvor entgast

Lediglich oberflächlich sind noch vereinzelt sehr feine verbliebene Luftbläschen vorhanden. Die leicht gewölbte Oberfläche ist vermutlich durch Kapillarwirkungen in der Silikonform zu erklären. Die relevante Grenzschicht zwischen Eis und Probenoberfläche ist blasenfrei. Dieses Erscheinungsbild lässt sich unter den genannten Parametern gut reproduzieren.

Die ermittelten Parameter zur Herstellung von Klareis und raueisähnlichem Eis mit Luft einschlüssen sind abschließend in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 3: Ermittelte Parameter zur Herstellung von Klareis bzw. Raueis.

Herstellungsparameter	Klareis	Raueis
Gefriertemperatur	-25°C	-17°C
Temperatur der Oberfläche	-25°C	Raumtemperatur
Wassertemperatur	Raumtemperatur	Raumtemperatur
Temperatur der Silikonform	Raumtemperatur	Raumtemperatur
Art des Wassers	deionisiert + entgast	Deionisiert + nicht entgast

Die Schichtdicke des Eises bestimmt aufgrund der gleichbleibenden Kontaktfläche unmittelbar auch dessen Masse. Eine Übersicht des in die Silikonform eingefüllten Wasservolumens und die daraus resultierenden Eisschichtdicken ist in Tabelle 4 zusammengestellt.

Tabelle 4: Zusammenhang zwischen eingefülltem Wasservolumen und resultierender Eisschichtdicke.

Eingefülltes Wasservolumen	Resultierende Eisschichtdicke
100 µl	1,5 mm
150 µl	2,2 mm
200 µl	3,5 mm
250 µl	4,75-5 mm
300 µl	6-7 mm

Da die in der Zentrifuge wirkende Zentrifugalkraft durch die Eismasse bestimmt wird, muss eine passende Schichtdicke des verwendeten Eises in Vorversuchen in der Zentrifuge ermittelt werden. Die Festlegung der Eisschichtdicke für die Eisadhäsionstests erfolgt daher in Kapitel 5.3.5.

5.3 Ermittlung der Scherspannungen im Zentrifugenteststand

Die Quantifizierung der Eishaftkräfte, die die verschiedenen Oberflächen aufweisen, findet mit Hilfe des Zentrifugenmessstands statt. Bei Betrieb der Zentrifuge fällt auf, dass bei hohen Drehzahlen eine erhebliche Geräuschentwicklung auftritt. Vor Beginn der Haftkraftmessungen wird daher nach möglichen Ursachen für diese Geräuschentwicklung geforscht und der Versuchsaufbau gegebenenfalls optimiert. Darüber hinaus werden die vorliegenden Proben an den Probenträger der Zentrifuge angepasst und eine Positionierungshilfe zum Auffrieren der Eisblöcke entwickelt. Mit dem optimierten Versuchsaufbau werden anschließend Testreihen zur Ermittlung geeigneter Randbedingungen für die eigentlichen Eisadhäsionstests durchgeführt und anhand dessen die verwendeten Versuchsparameter ermittelt.

5.3.1 Aufbau des Teststands

Die Zentrifuge, die am IAF zur Eisadhäsionsmessung genutzt wird, besitzt einen etwas anderen Aufbau als der bereits beschriebene Versuch von Laforte et al., wobei das Messprinzip beibehalten ist. Zur Erklärung der Funktionsweise der Zentrifuge sind in Abbildung 30 die wichtigsten Bauteile nummeriert.

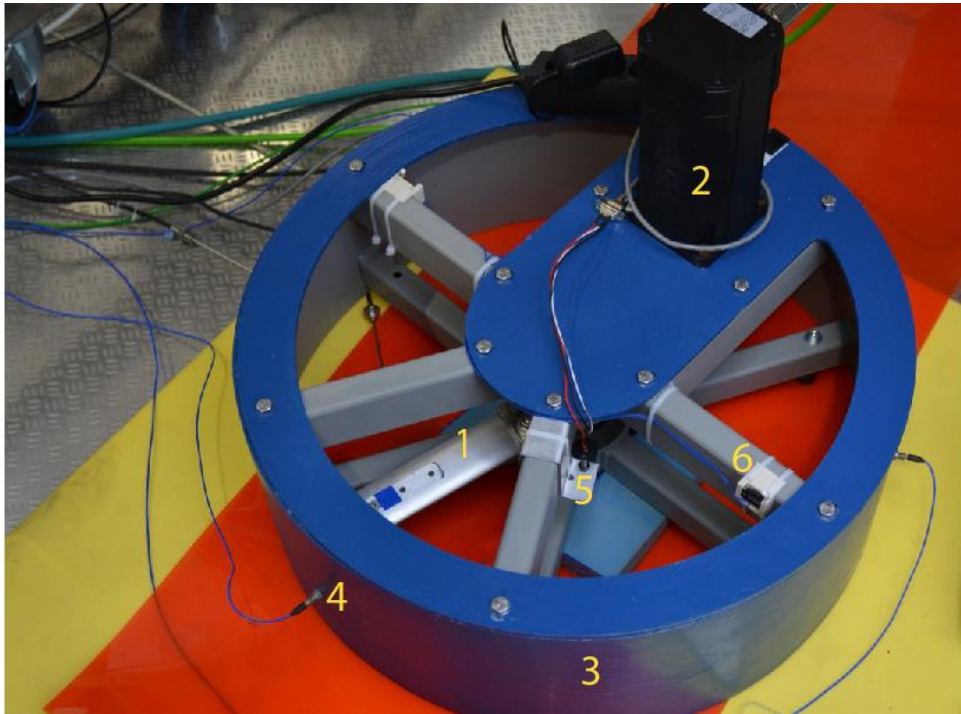


Abbildung 30: Zentrifuge zur Eisadhäsionsmessung: (1) Rotorarm mit Probenhalterung; (2) Antriebsmotor; (3) Zentrifugenaußenwand; (4) Beschleunigungssensor; (5) Hall-Sensor

Der aus Aluminium gefertigte Rotorarm (1) der Zentrifuge, dessen Spitze auf einem Radius von 250 mm in der Zentrifuge rotiert, dient gleichzeitig als Probenträger. Er ist an einer Welle befestigt, die senkrecht mittig in der Zentrifuge zweifach gelagert rotiert. Auf der gegenüberliegenden Seite ist zum Ausgleich der Unwucht ein Stahlgewicht angebracht. Die Welle wird über einen Keilriemenantrieb mit einer Übersetzung von 1,75:1 durch einen Elektromotor angetrieben. Die Oberflächenproben werden außen am Rotor in der dafür vorgesehenen Aussparung fixiert.

Löst sich während des Versuchs die Eisschicht von der Probeoberfläche ab, bewegt sie sich mit der bis dahin erreichten Umfangsgeschwindigkeit tangential zur Kreisbewegung vom Ablösepunkt aus weg und prallt aufgrund der hohen Umfangsgeschwindigkeiten in kürzester Zeit auf die Zentrifugenaußenwand (3). Die Erschütterung des Zentrifugengehäuses, die durch den Aufprall des Eises ausgelöst wird, wird durch drei piezoelektrische Beschleunigungssensoren (4), die in gleichmäßigen 120° Winkeln über den Kreisumfang des Zentrifugengehäuses verteilt sind, registriert. Das Signal der Sensoren wird an eine Analysesoftware weitergegeben, die die Beschleunigungen in Echtzeit aufzeichnet. Parallel wird über einen Hallsensor (5), der registriert, wenn ein auf dem Zentrifugenrotor befestigter Magnetstreifen den Sensor passiert, die Drehzahl im Zeitverlauf bestimmt und aufgezeichnet. Über den Abgleich beider Signale kann einerseits der Ablösezeitpunkt der Eisschicht und andererseits die zu dem Zeitpunkt erreichte Drehzahl des Rotors bestimmt werden.

Der Fehler in Folge der Flugzeit der Eisschicht vom Ablösepunkt in die Zentrifugenwand wurde für den Messaufbau in vorangegangenen Arbeiten bereits untersucht. Dieser systematische Fehler liegt bei niedrigen Drehzahlen bereits bei unter 0,1% bezogen auf die tatsächliche Drehzahl zum Ablösezeitpunkt und fällt bei hohen um mehr als eine Zehnerpotenz ab [47]. Der systematische Fehler bei der Drehzahlerfassung durch den Hallsensor, dessen Signal über lineare Interpolation geglättet wird, beträgt ab einer Drehzahl von 3500 U/min unter 2% [47] und sinkt hin zu höheren Drehzahlen weiter ab. Da die Drehzahl über die Winkelgeschwindigkeit quadratisch in die Berechnung der Eishaftkraft bzw. der Schubspannung eingeht, ist der Fehler bei der Drehzahlmessung die schwerwiegendste Fehlerquelle bei der Messung.

Zusätzlich zu den in Abbildung 30 sichtbaren Sensoren, ist knapp unterhalb der Rotationsebene der Probe ein Pt-100 Temperaturfühler positioniert, der die während des Versuchs durch die Luftreibung des Zentrifugenrotors entstehende Wärmeentwicklung überwachen soll. Tatsächlich kommt es während eines Versuchsdurchlaufs lokal zu einer Temperaturerhöhung von knapp unter 2°C, weshalb eine mit PC-Lüftern bestückte Abdeckung, die während des Versuchs von oben auf die Zentrifuge gelegt wird für eine bessere Luftzirkulation und den Abtransport von Wärme sorgen soll.

Aus Sicherheitsgründen sind an den Streben des Zentrifugengehäuses Tastschalter angebracht, die den Start der Zentrifuge nur dann ermöglichen, wenn die Abdeckung aufgelegt ist. Die mit der Lüfterabdeckung versehene Zentrifuge ist in Abbildung 31 dargestellt.

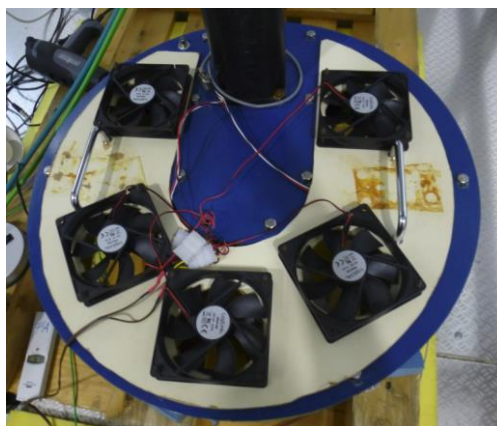


Abbildung 31: Zentrifuge mit Lüfterabdeckung zur verbesserten Luftzirkulation

Angeordnet ist der Versuchsaufbau in einem Eiskanal, der am IAF zu Forschungszwecken in den Bereichen und Anti-Icing zur Verfügung steht. In der Kältekammer lassen sich Temperaturen bis -25°C dauerhaft realisieren.

5.3.2 Optimierung des Teststands

Während des Betriebs der Zentrifuge tritt eine erhebliche Lärmentwicklung auf. Da sich die Eishaftkraftbestimmung sensibel auf äußere Einflussfaktoren und die Veränderung der Randbedingungen verhält, muss überprüft werden, ob die Geräuschquelle für Vibrationen im Zentrifugenrotor und damit auf den Testoberflächen sorgt. Da ausschließlich die zur Eisablösung nötige Scherspannung gemessen werden soll, würde eine starke zusätzliche Vibration zur Verfälschung der Messergebnisse führen.

Bei der Ortung der Geräuschursache wird systematisch vorgegangen. Zunächst wird überprüft, ob schon der Zentrifugenantrieb für die Geräuschentwicklung verantwortlich ist. Dazu werden sowohl der Rotorarm als auch das Gegengewicht von der Befestigungsspindel auf der Zentrifugenachse demontiert und die Zentrifuge auf Maximaldrehzahl beschleunigt. Unter diesen Umständen zeigt sich ein erheblich reduzierter Geräuschpegel. Eine Geräuschentwicklung im Antriebssystem der Zentrifuge kann also ausgeschlossen werden.

Die Lärmemission muss demnach im Strömungsverhalten des Zentrifugenrotors bei höheren Drehzahlen begründet liegen. Da die Verstrebenen von der Zentrifugenachse zur Außenwand eine regelmäßige Verengung und Erweiterung des Querschnitts Strömungskanal, in dem der Zentrifugenarm rotiert darstellt, wird vermutet, dass der Rotor an diesen Querschnittsverengungen Druckstößen in der Strömung ausgesetzt ist. Bewegt der Rotor sich durch eine solche Druckerhöhung, kann er zum Schwingen angeregt werden und parallel laute Geräusche verursachen. Um diesen möglichen Störfaktor zu untersuchen, wird eine Verkleidung der Gehäusestreben der Zentrifuge konstruiert, die für einen geschlossenen Strömungskanal mit konstantem Querschnitt sorgt.

Die verkleidete Zentrifuge, sowie ein Einzelelement der Verkleidung sind in Abbildung 32 dargestellt.

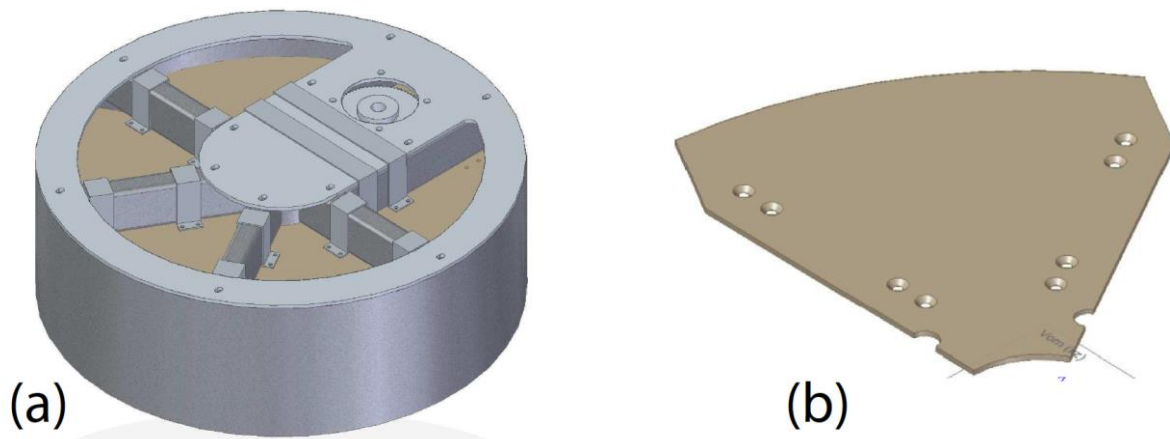


Abbildung 32: verkleidete Zentrifuge und Detailansicht eines Vekleidungselementes

Zur Analyse der Effektivität der Zentrifugenverkleidung bei der Lärmpegelreduktion wird zunächst der Geräuschpegel bei konstanter Drehzahl und offener Zentrifuge überprüft. Dieser Vorgang wird nach Montage der Zentrifugenverkleidung wiederholt. Der Vergleich der Geräuschentwicklung in beiden Fällen zeigt keine signifikante Verringerung des Lärmpegels bei montierter Verkleidung. Die Verengung des Strömungskanals durch die Gehäusestreben ist daher als unkritisch zu betrachten und die Zentrifugenverkleidung wird zum Zweck der Aufrechterhaltung der Möglichkeit zum störungsfreien Wärmeabtransport während der Versuche wieder demontiert.

Da die Geräuschquelle nach den Untersuchungen beim Rotor selbst liegen muss, wird in einem letzten Schritt überprüft, ob sich am offenen Ende der Rotorspitze, die zur Positionierung der Eissicht vorgesehen ist, während des Betriebs eine Art Orgelpfeifeneffekt ausbildet. Zu diesem Zweck wird die Öffnung mit einem Klebestreifen abgeklebt und die Zentrifuge auf Maximaldrehzahl beschleunigt. Da sich auch hier keine signifikante Reduktion des Geräuschpegels zeigt, ist davon auszugehen, dass die durch den rotierenden Zentrifugenarm entstehende Geräuschentwicklung bei Nutzung des vorhandenen Rotors nicht zu vermeiden ist.

Da die Maßnahmen zur Schallreduktion nicht den gewünschten Effekt erzielen wird der Versuchsaufbau in seinem Ausgangszustand belassen.

5.3.3 Anpassung der Probengeometrie

Die für die Arbeit vorliegenden Oberflächenproben bestehen aus verschiedenen beschichteten 3 mm starken Aluminiumplatten mit einer quadratischen Grundfläche von 80 x 80 mm. Da zu

Beginn der Arbeit die Proben in diesem Zustand belassen werden sollten, wurde ein neuer Probenträger für die Zentrifuge entwickelt, der diese Probengeometrie aufnehmen kann. Ein weiterer Aspekt der Optimierung des Teststands war die Implementierung von Messtechnik, um die beim Test herrschenden Randbedingungen (Temperatur-, Luftfeuchte- und Beschleunigungsmessung) möglichst probennah aufzuzeichnen. Die hohen Beschleunigungswerte, die beispielsweise bei einer Umdrehungszahl von 7000 U/min auf dem Außenradius von 250mm bereits eine Beschleunigung von 13693 g betragen, stellen an diese Messtechnik besonders hohe Anforderungen. Zum Aufzeichnen der Daten wurden Datenlogger und Telemetrielösungen in Betracht gezogen. Datenlogger für derartige Belastungen sind kommerziell nicht verfügbar. Telemetriesysteme, die diesen Beschleunigungen standhalten überstiegen das finanzielle Budget für diese Diplomarbeit. Die Fertigung des neuen Probeträgers wurde aus diesen Gründen nicht weiter verfolgt. Im Anhang sind die Überlegungen und Strategien zum neuartigen Probenträger anhand der Konstruktionspläne veranschaulicht. Alternativ werden daher die Probenplatten an den vorhandenen Rotorarm angepasst.

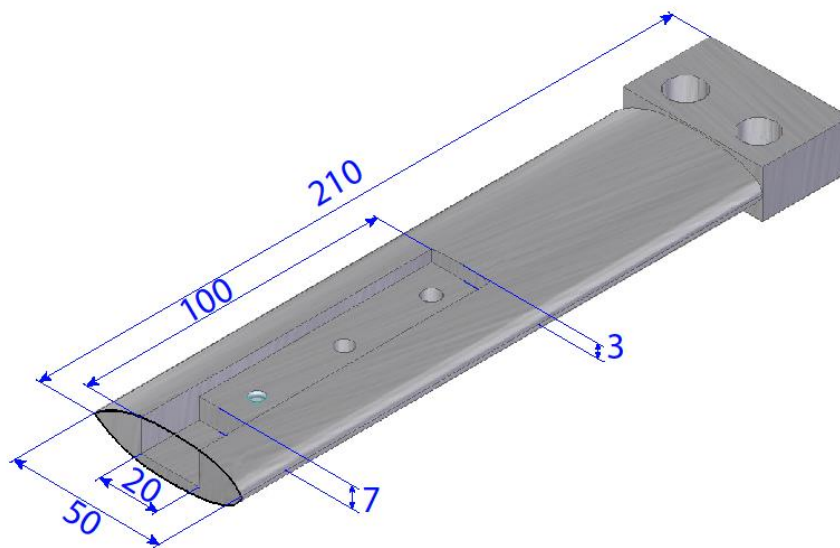


Abbildung 33: Rotorarm mit Aussparung zur Probenfixierung

Abbildung 33 zeigt die Aufnahme des Rotorarms für die Probenkörper mit den Maßen 20mm x 100 mm x 3,85 mm (Breite x Länge x Höhe).

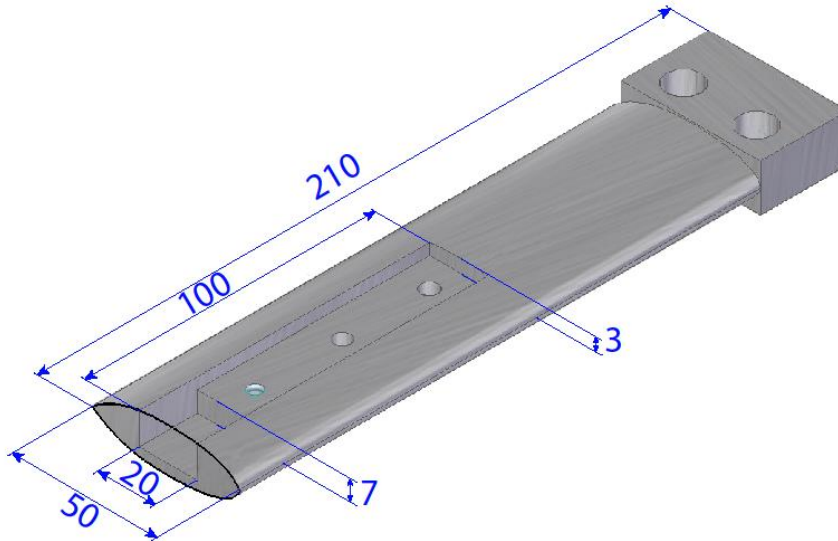


Abbildung 33: Rotorarm mit Aussparung zur Probenfixierung

Da die maximale Probenlänge mit 80 mm kürzer als bei den üblicherweise verwendeten Proben ist, wird zur sicheren Fixierung, wie abgebildet eine zusätzliche Bohrung zwischen die beiden vorhandenen Senkbohrungen gesetzt. Aufgrund der Gefahr, dass sich die Proben durch die hohen Fliehkräfte bei nur einem Fixierungspunkt während der Versuche durchbiegen, und somit eine Biegespannung aufgebracht wird, wird diese Bohrung als Gewindebohrung ausgeführt, damit die Proben an zwei Punkten verschraubt werden können. Die Proben werden für die Versuche mit der beschichteten Oberfläche nach unten in der Aussparung fixiert, sodass die aufgefrorenen Eisschicht sich vor der Luftströmung geschützt in dem Hohlraum zwischen Probe und Probenhalterung befindet. Aus diesen Anforderungen ergibt sich die Probengeometrie, wie in Abbildung 34 schematisch dargestellt.

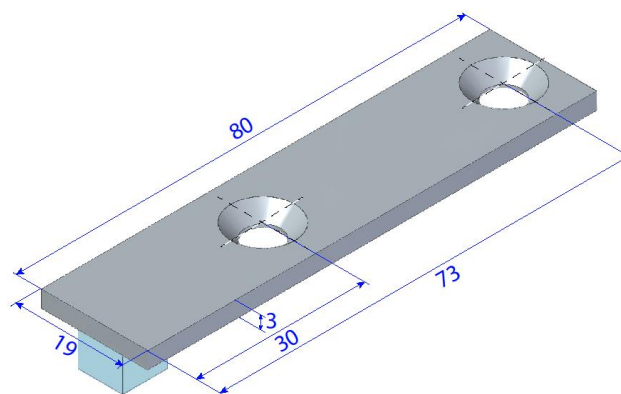


Abbildung 34: schematische Darstellung der Probengeometrie mit aufgefrorenem Eisblock

Die Position des aufgefrorenen Eisblocks ist zur Verdeutlichung in Abbildung 34

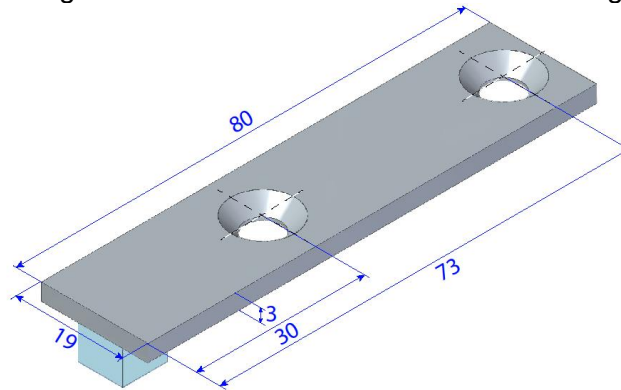


Abbildung 34: schematische Darstellung der Probengeometrie mit aufgefrorenem Eisblock

ebenfalls eingezeichnet, wobei zur Übersicht die Eisschichtdicke überdimensioniert dargestellt ist. Da der Radius, auf dem der Masseschwerpunkt des Eisblocks in der Zentrifuge rotiert, in die Berechnung der Eishaftkraft einfließt, gilt es sicherzustellen, dass sich dieser bei jedem Versuch an der gleichen Position auf den Proben befindet. Um dies zu gewährleisten werden die, wie in Abbildung 35 dargestellten Positionierungshilfen für die Fixierung der Eisblockformen auf den Probekörpern genutzt.

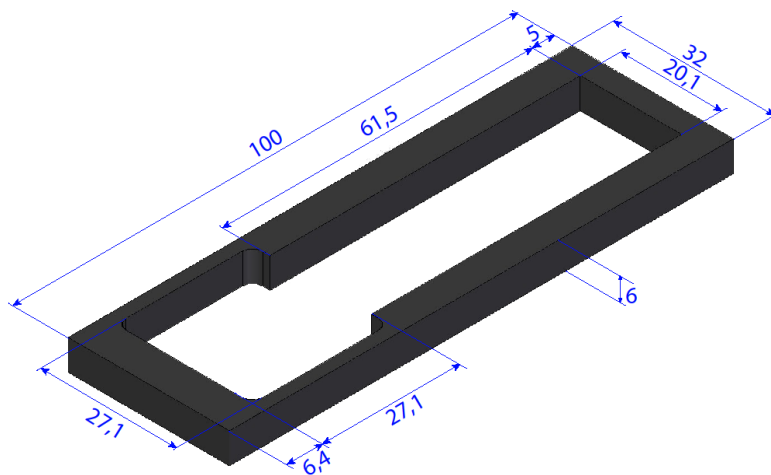


Abbildung 35: Positionierungshilfe für das exakte Auffrieren der Testeisschicht

Mit dieser Hilfskonstruktion ist es möglich, den Eisblock stets zentriert in einem Abstand von 1 mm von der Probenvorderkante auf die Testoberfläche aufzufrieren. Da das Fixierungsbauteil keinerlei mechanischer Beanspruchung ausgesetzt ist, kann es in größeren Stückzahlen im 3D-Drucker gefertigt werden.

5.3.4 Versuchsablauf

Für eine gute Reproduzierbarkeit der Eishaftkraftmessungen in der Zentrifuge ist es unerlässlich, dass vor Beginn der Untersuchungen ein fester Versuchsablauf festgelegt und dieser bei jedem Durchgang exakt wiederholt wird.

Unabhängig vom zeitlichen Ablauf des Versuchs gilt es einige Vorbereitungen zu treffen. Die für den Versuch eingesetzten Proben werden mit einer μg -Waage gewogen und die Masse der Proben dokumentiert. Die eingesetzte Waage weist eine Messgenauigkeit von $\pm 0,003\text{g}$ auf. Darüber hinaus wird das zum Vereisen eingesetzte Wasser vor den Versuchen deionisiert und in sterile, verschließbare Glasbehälter abgefüllt, aus denen das Wasser später mit der Pipette entnommen wird. Vor Versuchsbeginn erfolgt die Einstellung des Eiskanals auf die gewünschte Versuchstemperatur. Um diese zu erreichen benötigt die verwendete Kältekammer ca. eine Stunde. Auch die Gefriertruhe, die zum Vereisen der Proben genutzt wird, wird mit angemessener Vorlaufzeit auf die Vereisungstemperatur eingestellt.

Bei der Vereisung der Proben wird zwischen zwei in Kapitel 5.2 geschilderten Vereisungsabläufen unterschieden, um entweder Raueis oder Klareis herzustellen. Bei beiden Arten der Eisherstellung werden die Proben jedoch zunächst in die Positionierungshilfen gelegt. Um alle Proben gleichzeitig in die Gefriertruhe legen zu können, werden diese anschließend auf ein Blech gesetzt.

Bei der Herstellung von Raueis werden die Silikonformen zum Einfüllen des Wassers schon außerhalb der Gefriertruhe in die Positionierungshilfen eingefügt. Unmittelbar im Anschluss wird das Wasser mit dem für den Versuch entsprechenden Volumen mit Hilfe einer Eppendorf Pipette vorsichtig in die Silikonformen eingefüllt. Die Truhe wird zügig wieder geschlossen um eine möglichst konstante Temperatur im Inneren zu gewährleisten.

Bei der Herstellung von Klareis wird das Blech mit den Proben zunächst ohne aufgelegte Silikonformen in die Gefriertruhe gelegt. Um eine bessere Wärmeleitung, bzw. ein schnelleres Abkühlen der Proben zu bewirken wird bei der Klareisherstellung Kontakt zwischen dem Blech und dem Gefriertruhenboden hergestellt. Auf diese Weise werden die Proben innerhalb von zehn Minuten auf -25°C heruntergekühlt. Anschließend wird die Truhe wieder geöffnet, die Silikonformen in die Positionierungshilfen eingefügt und das Wasser mit dem für den Versuch vorgesehenen Volumen in die Formen eingefüllt. Vor allem bei der Herstellung von Klareis ist

es nötig die Gefriertruhe möglichst zügig wieder zu schließen, da eine zu hohe Temperatur zur Bildung von Raueis führen kann (vgl. Kapitel 5.2).

Unabhängig von der hergestellten Eisart werden die Proben nach dem Gefriervorgang noch in der Kühltruhe vorsichtig entformt und in einer Styroporisolationsbox in den Eiskanal transportiert. Dieser Schritt sollte schnell erfolgen, damit der Wärmeeinfluss auf die Proben gering bleibt. Im Eiskanal werden die Proben abermals gewogen, um das Bruttogewicht zu bestimmen. Mit Hilfe des Bruttogewichts und der vor den Versuchen bestimmten Probenmasse lässt sich die für die Berechnung der Eishafkraft nötige Eismasse ermitteln. Trotz der Regelung des eingefüllten Wasservolumens unter Nutzung einer Eppendorf Pipette ergeben sich bei den aufgefrorenen Eisschichten geringe Abweichungen in der Eismasse. Dies zeigt, dass das zusätzliche Wiegen der Eismasse unerlässlich ist, da die Annahme konstanter Massen durch die Nutzung der Pipette zur fehlerhaften Berechnung der Eishafkraft führt. Mit dem gewählten Vorgehen ist lediglich der systematische Fehler in Folge der Messungenauigkeit der Waage zu berücksichtigen.

Vor Beginn des ersten Eisadhäsionstests werden die Proben zur Akklimatisierung auf Versuchstemperatur mindestens 20 Minuten im Windkanal ruhen gelassen. Zuletzt erfolgt die Fixierung der Proben auf dem Rotorarm der Zentrifuge, bevor der Zentrifugentest durchgeführt wird.

5.3.5 Bestimmung und Optimierung der Versuchsparameter

Die Randbedingungen, unter denen die Eisadhäsionstests in der Zentrifuge stattfinden, sollen über alle Versuchsreihen hinweg konstant gehalten werden, damit die Ergebnisse der Haftkraftmessungen der unterschiedlichen Oberflächen miteinander vergleichbar sind. Aus diesem Grund werden vor der Messungen der relevanten Proben mehrere Testreihen zur Optimierung der Randbedingungen durchgeführt. Ziel dieser Optimierungsversuche ist das Ermitteln einer Kombination der regelbaren Versuchsparameter, die reproduzierbare Messungen der Eishafkräfte ermöglicht. Um dieses Ziel zu erreichen, werden Versuchsparameter gesucht, die einerseits innerhalb der Testreihen eine möglichst geringe Standardabweichung aufweisen und andererseits bei der Durchführung mehrerer Testreihen wiederholt vergleichbare Absolutwerte für die gemessene Eishafkraft liefern. Aufbauend auf den Erkenntnissen aus Kapitel 5.2 soll die Eisschichtdicke inklusive Puffer so gering wie möglich gewählt werden, da die aufgefrorenen Eisblöcke mit geringen Schichtdicken eine definiertere, nicht aufgeplatzte Oberfläche besitzen. Zudem kommt eine geringes Verhältnis der Schichtdicke zur Vereisten Fläche den in der Natur auftretenden Vereisungen am nächsten. Als Testoberfläche für die Parameterbestimmungsversuche wird ein Satz von zehn

unbehandelten Aluminiumproben mit den Probebezeichnungen (AI-AL-1 bis AI-AL-10) verwendet, da diese in ausreichender Stückzahl vorhanden sind. Die Aluminiumproben werden vor jedem Test mit Aceton im Ultraschallbad gereinigt und anschließend mit fusselfreien Labortüchern ebenfalls mit Aceton abgewischt, um mögliche Anhaftungen der aufgelegten Silikonformen vor den Versuchen zu entfernen.

Die regelbaren Parameter für einen Zentrifugentest sind die Versuchstemperatur, die Eisart und die Eisschichtdicke, die im Rahmen der in Kapitel 5.2 beschriebenen Vereisungsversuche variiert werden können. Die relative Luftfeuchtigkeit ist im genutzten Eiskanal nicht exakt regelbar, wird aber während aller Versuche überwacht und dokumentiert, um Fehlerquellen auszuschließen. Weiterhin sind die maximale Zentrifugendrehzahl, sowie die Steigung der Drehzahlrampe, mit der die Zentrifuge beschleunigt, einstellbar. Die Grenzen, in denen die jeweiligen Größen geändert werden können, sind in Tabelle 5 zusammengefasst.

Tabelle 5: Versuchsparametergrenzen im Eisadhäsionstest.

Randbedingung	
Versuchstemperatur	min. -25°C
Eisart	Klareis /Raueis
Eisschichtdicke	3,5 mm ... 7 mm
Zentrifugendrehzahl	max. 9000 U/min

Die minimale Versuchstemperatur folgt unmittelbar aus den Leistungsgrenzen der Kühlkammer, in der die Zentrifuge betrieben wird und beträgt demnach -25°C. Die Auswahl zwischen Klareis und Raueis liegt in den Vereisungsversuchen aus Kapitel 5.2 begründet. Durch den Versuchsaufbau ergeben sich für die regelbaren Parameter verschiedene Beschränkungen. Diese Beschränkungen resultieren zum einen aus der Geometrie der Probenhalterung, die die maximale Eisschichtdicke auf einen Wert von 7 mm festlegt. Zum anderen greift bedingt durch die maximal mögliche Zentrifugendrehzahl eine untere Beschränkung für die Eisschichtdicke. Wird diese unterschritten, reicht die Eismasse nicht aus, damit die aus dem Produkt der Eismasse und der Zentrifugalbeschleunigung errechnete Zentrifugalkraft zum Ablösen des Eises genügt. Die maximale Zentrifugendrehzahl von 9000 U/min wird über die Leistungsgrenze des Antriebsmotors beschränkt.

In den Testreihen zur Prüfparameterentwicklung werden die Parameter einzeln variiert, während alle anderen Randbedingungen konstant gehalten werden.

Die Steigung der Drehzahlrampe der Zentrifuge wird anhand von Erfahrungswerten, die sich in vorangegangenen Arbeiten an der Zentrifuge bewährt haben, für alle Versuche auf ca. $7,3 \text{ 1/s}^2$ festgelegt. Zu Beginn einer Versuchsreihe wird die Maximaldrehzahl von 9000 U/min ausgenutzt, damit auch Proben, auf denen eine starke Eishaftung vorhanden ist, während des Versuchs enteist werden. Lösen sich die Eisschichten bei Proben mit niedriger Eishaftung bereits bei deutlich geringeren Drehzahlen ab, kann die Maximaldrehzahl nach unten angepasst werden. Dies reduziert die Dauer eines Einzelversuchs und bewirkt, dass die Zentrifuge nicht unnötigerweise auf Volllast beschleunigt wird. Für das Zeitintervall eines Versuchs, bei dem die Maximaldrehzahl erreicht wird, ergibt sich der in Abbildung 36 gezeigte Zentrifugendrehzahlverlauf.

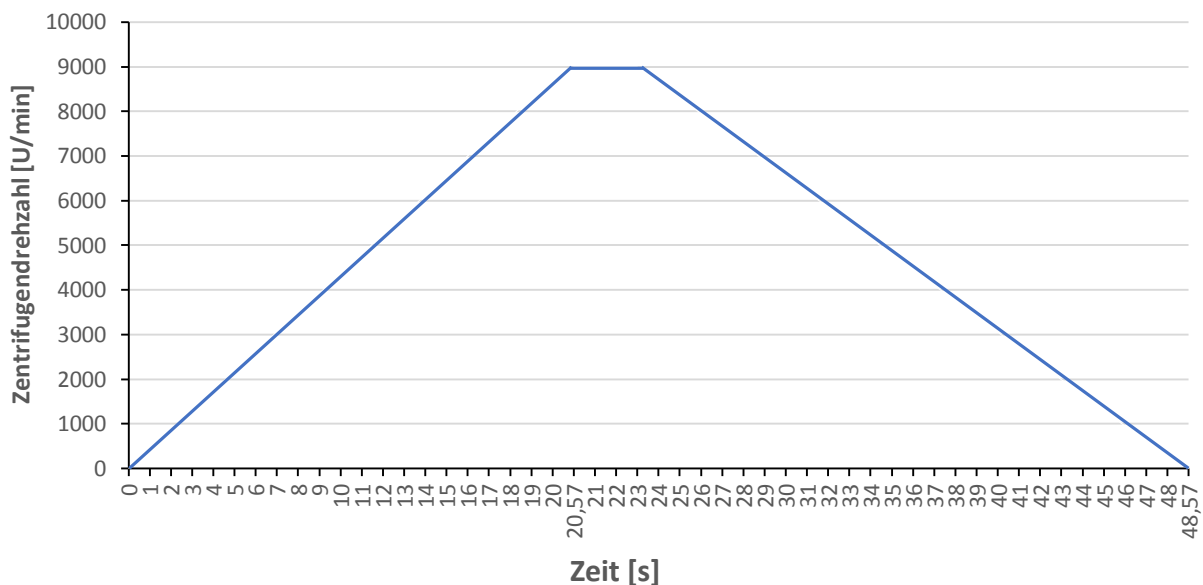


Abbildung 36: Zentrifugendrehzahlverlauf während eines Eisadhäsionstests

Ein Messdurchlauf für eine Oberfläche mit starker Eishaftung hat also eine Maximaldauer von ca. 49 Sekunden.

Da bei der Parameterbestimmung jeweils nur ein Versuchsparameter variiert wird, müssen für die übrigen Versuchsgrößen zunächst plausible Werte angenommen werden, die bei der Parameterbestimmung konstant gehalten werden. Zur Ermittlung einer geeigneten Eisschichtdicke werden drei verschiedene Schichtdicken betrachtet. Die jeweiligen Versuchsbedingungen dieser drei Testreihen sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

Tabelle 6: Versuchsparameter zur Ermittlung der Eisschichtdicke.

Schichtdicke [mm]	Volumen [μ l]	Temperatur [$^{\circ}$ C]	Eisart
3,50	200	-10	Klareis
4,75	250	-10	Klareis
6,00	300	-10	Klareis

Der zunächst angenommene Temperaturwert von -10°C wird in Anlehnung an die Zentrifugentests von Laforte und Beisswenger [5] gewählt. Die vorläufige Nutzung von Klareis liegt in der Annahme begründet, dass die Kontaktfläche zwischen Eis und Oberfläche stets vergleichbaren gleichen Zustand hat, da sie, anders als beim Raueis, nicht von Lufteinschlüssen beeinflusst wird. Die Stichprobenzahl von zehn für jede Versuchsreihe dient der statistischen Auswertbarkeit der Messergebnisse im Sinne der Ermittlung eines arithmetischen Mittelwertes und der Standardabweichung zur Beschreibung der Streuung der Messergebnisse bei überschaubarem Messaufwand.

Die Messergebnisse der drei Testreihen für die Schichtdicken von 3,5 mm, 4,75 mm und 6 mm sind mit Mittelwert und Standardabweichung in Abbildung 37: Ergebnisse der Parameteruntersuchungen für die Eisschichtdicke dargestellt.

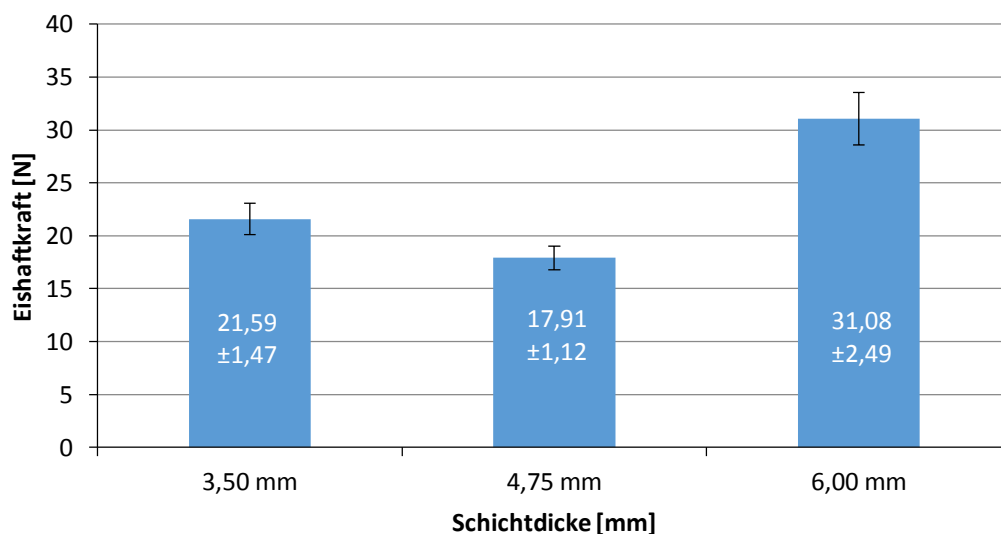


Abbildung 37: Ergebnisse der Parameteruntersuchungen für die Eisschichtdicke

Bei der Untersuchung des Einflusses der Eisschichtdicke auf die Haftkraft des Eises zeigt sich ein unregelmäßiges Bild. Erwartet wird gemäß Formel 6 für alle Schichtdicken annähernd die gleiche Eishaftkraft gemessen, da bei gleicher Kontaktfläche und konstanter Eisdichte, die bei gleicher Temperatur gegeben ist, die Eismasse ausschließlich durch die gewählte Probenhöhe bestimmt wird. Die Schichtdicke von ca. 6 mm entspricht mit ihren hohen Eishaftkräften und

der im Vergleich hohen Streuung dieser Annahme nicht. Der Grund hierfür sind die bei hohen Schichtdicken bei der Vereisung auftretenden Unregelmäßigkeiten der Eisoberfläche. Die an der Spitze aufgeplatzten Eisblöcke überschreiten mitunter die maximal mögliche Eisschichtdicke, sodass die Eisschicht zwischen Probe und Probenhalterung eingeklemmt wird. Die Nutzung eines Wasservolumens von 300 µl bei der Vereisung, das dieser Schichthöhe entspricht, ist daher nicht möglich. Bei den beiden weiteren untersuchten Schichtdicken zeigt sich eine ähnliche, geringere Streuung der Messergebnisse mit Standardabweichungen von 1,47 N für eine Schichtdicke von 3,5 mm bzw. von 2,49 N für eine Schichtdicke von 4,75 mm innerhalb der Testreihen. Die unterschiedlichen Eishaftkräfte im Vergleich beider Testreihen sind vermutlich auf Oberflächeneffekte der Aluminiumproben z.B. durch Aluminiumhydroxidbildung zurückzuführen, die auch schon in vorangegangenen Tests am IAF für erhebliche Varianzen der Ergebnisse gesorgt haben. Weitere Versuche mit geringeren Eisschichtdicken werden im Übrigen nicht durchgeführt, da bereits bei einer Schichtdicke von 3,5 mm und der Verwendung von Aluminiumproben Zentrifugendrehzahlen von 7074 U/min zur Eisablösung nötig sind, also schon 79% der maximal möglichen Drehzahl erreicht wird. Zur Untersuchung von Proben mit höherer Eishaftung ist ein Spielraum zur Maximaldrehzahl nötig. Entsprechend des gesetzten Ziels der Verwendung einer möglichst geringen Eisschichtdicke wird aufgrund der etwa gleichen Standardabweichung bei beiden in Frage kommenden Schichtdicken die 3,5 mm starke Eisschicht, die tatsächlich eine ebenere Oberfläche aufweist, für alle weiteren Versuche ausgewählt.

Mit der festgelegten Eisschichtdicke ergeben sich für die Testreihen zum Zweck der Ermittlung einer geeigneten Versuchstemperatur die in Tabelle 7 dargestellten Parameter:

Tabelle 7: Versuchsparameter zur Ermittlung der Testtemperatur.

Temperatur [°C]	Volumen [µl]	Schichtdicke [mm]	Eisart
-5	200	3,50	Klareis
-10	200	3,50	Klareis
-12	200	3,50	Klareis
-15	200	3,50	Klareis

Für die konstant gehaltenen Parameter gelten dieselben Annahmen wie zur Ermittlung der Eisschichtdicke. Die Versuchstemperatur wird zunächst ausgehend von einer Temperatur von -5°C in Schritten von 5°C von Versuchsreihe zu Versuchsreihe abgesenkt. Der Zusammenhang zwischen Temperatur und Eishaftkräften wurde unter anderem bereits in

einer Studie von Jellinek 1959 genauer untersucht. Jellinek wies nach, dass z.B. auf einer Edelstahlplatte die Eishafkraft mit sinkenden Temperaturen nahezu linear zunimmt [38]. Laut Jellinek liegt dieser Zusammenhang in den Eigenschaften eines flüssigkeitsähnlichem Wasserfilms zwischen Eisschicht und Festkörperoberfläche, der mit zunehmenden Temperaturen stärker aushärtet [38]. In den Experimenten von Jellinek zeigt sich, dass ab einer bestimmten Temperatur die Eisadhäsion an der Oberfläche die Kohäsionskraft innerhalb der Eisschicht übersteigt. In diesem Fall kommt es bei den Versuchen zu einem kohäsiven Bruch, bei dem Eisreste auf der Oberfläche haften bleiben [38].

Daher werden drei Testreihen mit den Temperaturen -5°C, -10°C und -15°C durchgeführt. Die Ergebnisse aller Versuche zur Temperaturermittlung sind in Abbildung 38 dargestellt.

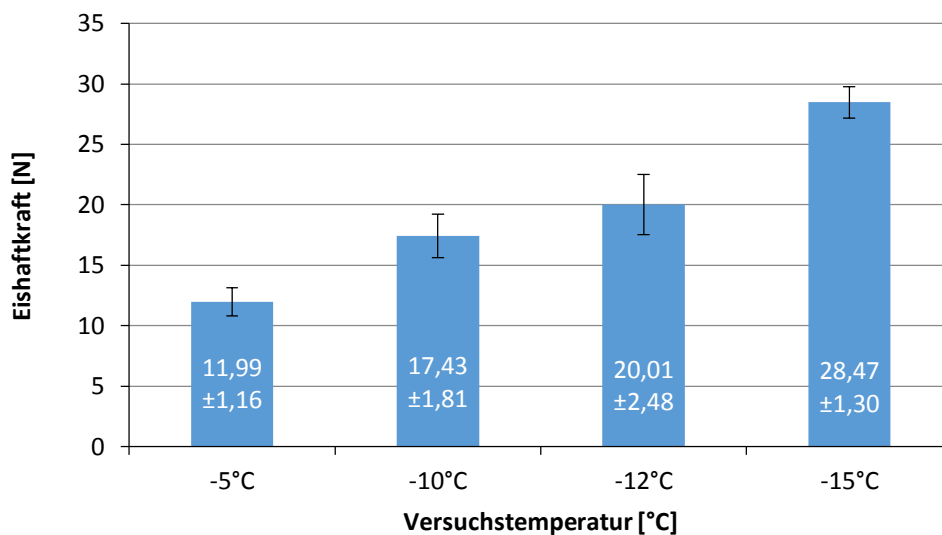


Abbildung 38: Ergebnisse der Parameteruntersuchung für die Versuchstemperatur

Die Untersuchung der verschiedenen Versuchstemperaturen liefert den erwarteten Trend von steigenden Haftkräften bei sinkenden Temperaturen. Die Versuche bei -5°C und -10°C liefern bei Betrachtung der Streuung ähnliche Ergebnisse. Die auf den Mittelwert normierten Standardabweichungen liegen für -5°C bei $\pm 9,63\%$ und bei -15°C bei $\pm 10,39\%$. Der im Rahmen der Schichtdickenermittlung bereits durchgeführte identische Versuch bei -10°C liefert eine normierte Standardabweichung von $\pm 6,82\%$. Die Testreihe bei -15°C bietet von allen Temperaturen mit einer prozentualen Standardabweichung von 4,55% die geringste Streuung. Die hohen Eishafkräfte bei dieser Temperatur führen allerdings dazu, dass sich einige Eisblöcke bei der maximalen Zentrifugendrehzahl nicht ablösen. Aus diesem Grund werden Versuchstemperaturen von -15°C abwärts für den gewählten Versuchsaufbau verworfen. Aufgrund der geringen Standardabweichung bei -15°C wird stattdessen getestet, ob bei tieferen Temperaturen eine geringere Streuung der Eishafkrafteergebnisse auftritt. Zu

diesem Zweck wird eine weitere Testreihe bei -12°C durchgeführt. Diese bestätigt die erwarteten Auswirkungen der Versuchstemperatur ebenfalls, weist aber im Vergleich mit einer normierten Standardabweichung von 12,4% eine höhere Streuung auf und wird daher für die Versuche ausgeschlossen.

Von den beiden verbleibenden Temperaturen mit ähnlicher Streuung wird für alle weiteren Tests -10°C als Versuchstemperatur festgelegt. Eine Temperatur von -5°C käme für die weiteren Versuche ebenfalls in Frage, da aber die bei den Aluminiumproben gemessenen Eishaftkräfte schon verhältnismäßig gering ausfallen, ist das Verhalten von eisphoben Oberflächen mit sehr geringen Haftkräften unter Umständen bei etwas geringeren Temperaturen besser zu messen und zu vergleichen. Zudem ergibt sich bei der Wahl von -10°C eine bessere Vergleichbarkeit mit den in der Literatur bereits behandelten Testverfahren, da diese Versuchstemperatur wie zum Beispiel bei Blackburn et al. [31] und Laforte und Beisswenger [5] häufiger verwendet wird.

Mit den festgelegten Versuchsparametern für die Temperatur und die Eisschichtdicke wird der Einfluss der Nutzung von Klareis bzw. Raueis auf die Eishaftkraftmessungen in drei Testreihen untersucht. Da schon bei den zuvor durchgeführten Versuchen auffällt, dass bei der Nutzung von Aluminiumproben die gemittelten Haftkräfte von Versuchsreihe zu Versuchsreihe wie erwartet schwanken, innerhalb einer Versuchsreihe jedoch vergleichbare Werte liefern, werden innerhalb der Tests zur Ermittlung der geeignetsten Eisart jeweils fünf Proben mit Klareis und fünf Proben mit Raueis versehen. Zur Minimierung von Fehlern wird die Reihenfolge der mit Klar- bzw. Raueis beschichteten Proben bei einer der drei Versuchsreihen umgekehrt. Die Betrachtung von Studien, die sich mit den unterschiedlichen Haftkräften von Klareis und Raueis beschäftigen, deutet darauf hin, dass Klareis auf glatten, unbehandelten Oberflächen bei gleichen Testparametern höhere Eishaftkräfte besitzen [48] [30]. Kraj und Bibeu beziffern in ihrer Studie von 2007 für Klareis eine um 40% geringere Haftkraft auf einer glatten, unbehandelten Oberfläche als bei Raueis, bei ansonsten gleichen Bedingungen [48]. Ein Grund für die niedrigeren Eishaftkräfte des Klareises in dieser Arbeit ist unter Umständen das Aufbringen des Wassers mit Raumtemperatur auf die -25°C kalten Proben. Aufgrund des sehr schnellen Gefrierens entstehen in der Eisschicht möglicherweise thermisch induzierte innere Spannungen, die zu einer Reduktion der Festigkeit des Eises und der Eisadhäsion führen können.

Die gewählten Versuchsparameter für die drei durchgeführten Testreihen zur Ermittlung von Unterschieden bei der Nutzung von Klar- bzw. Raueis sind in Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 8: Versuchsparameter zur Ermittlung der Eisart.

Eisart	Temperatur [°C]	Volumen [μl]	Schichtdicke [mm]
Klareis	-10	200	3,50
Raueis	-10	200	3,50

Die ermittelten Eishaftkräfte sind mit den zugehörigen Standardabweichungen in Abbildung 39 dargestellt.

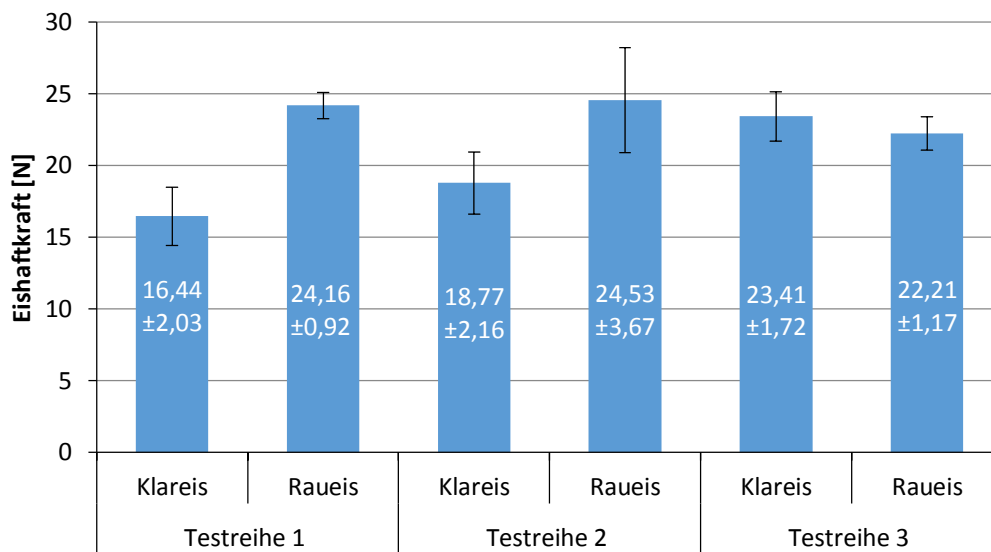


Abbildung 39: Ergebnisse der Versuche zur Auswahl der Eisart

In den beiden ersten Testreihen zeigt sich der erwartete Trend der niedrigeren Eishaftung bei der Verwendung von Klareis. Testreihe 3 bildet hier eine Ausnahme, wobei die gemittelten Haftkräfte mit $23,41\text{N} \pm 1,72\text{ N}$ für Klareis bzw. $22,21 \pm 1,17\text{ N}$ im Vergleich zu den anderen Testreihen nah beieinander liegen. Dennoch stellt diese Messreihe eine Abweichung von der Erwartung dar, die dadurch erklärt werden könnte, dass die Aluminiumproben zu diesem Zeitpunkt bereits zehn Testreihen durchlaufen haben, die die Oberflächen mittlerweile stark beansprucht haben. Im Vergleich zum Zustand einer neuen Probe, zeigt sich nach zehn Testdurchläufen und Reinigungsvorgängen eine weißlich verfärbte Oberfläche.

Die Auswahl der Eisart für die Materialuntersuchungen gründet sich unter anderem auf die Betrachtung der mittleren Standardabweichung über die drei Versuchsreihen hinweg.

Tabelle 9: gemittelte Eishaftkräfte für Rau- bzw. Klareis.

Testreihe	Klareis/Raueis	Mittelwert [N]	Standardabweichung [N]	Standardabweichung [%]
Testreihe 1	Klareis	16,44	2,03	12,32
	Raueis	24,16	0,92	3,82
Testreihe 2	Klareis	18,77	2,16	11,52
	Raueis	24,53	3,67	14,95
Testreihe 3	Klareis	23,41	1,72	7,36
	Raueis	22,21	1,17	5,28

Raueis zeigt gemäß **Tabelle 9** gemittelt über die Versuchsreihen sowohl absolut, als auch genormt auf den Mittelwert die geringere Standardabweichung. Ein Vergleich der gemittelten Haftkräfte der drei Testreihen zeigt, dass die Streuung der Ergebnisse im Verlauf der Testreihen bei Raueis geringer ausfällt (**Abbildung 39**). Da außerdem Raueis die in der Luftfahrt wesentlich häufiger auftretende, und somit relevantere Eisart ist (**Abbildung 9**), wird für alle weiteren Versuche Raueis als Testeisschicht gewählt.

Die für die Materialtests ermittelten Versuchsbedingungen sind in einer Übersicht in **Tabelle 10** zusammengefasst.

Tabelle 10: Zusammenfassung ermittelte Versuchsparameter.

Eisart	Temperatur [°C]	Volumen [μl]	Eisschichtdicke [mm]
Raueis	-10	200	3,50

5.3.6 Evaluierung des Testverfahrens

Zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit der Messungen mit den gewählten Versuchsparametern werden an einem neuen Satz von neun noch vorhandenen Aluminiumproben (Al-AL-11 bis Al-AL-19) Wiederholungsmessungen mit den gewählten Versuchsparametern durchgeführt. Zwischen den Testreihen werden die Proben wieder mit dem beschriebenen Verfahren gereinigt (vgl. 5.3.5). Analog zur Ermittlung der Versuchsparameter werden bei der Auswertung zur Glättung jeweils der größte und der kleinste Ausreißer ausgenommen. In **Abbildung 40** sind die auf diese Weise ermittelten arithmetischen Mittel der Haftkräfte und deren Streuung aus vier Reproduzierbarkeitsmessreihen dargestellt.

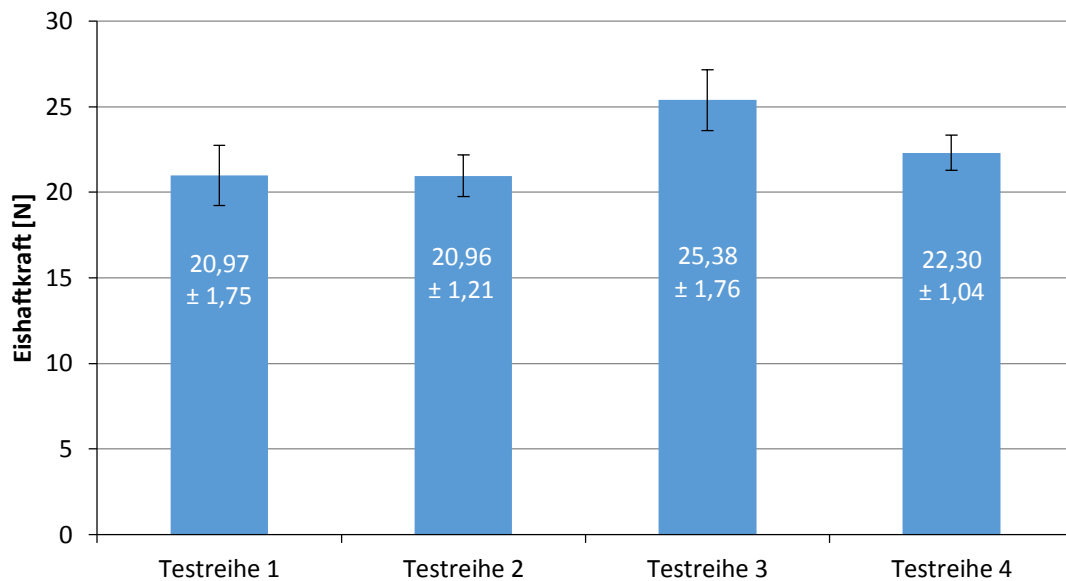


Abbildung 40: Ergebnisse der Eishafkraftmessungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit

Die arithmetisch gemittelten Eishafkräfte der getesteten Aluminiumproben bewegen sich bei den Proben 1,2 und 4 in einem kleinen Intervall von 20,96 bis 22,3 N. Eine größere Abweichung stellt lediglich das Ergebnis von Testreihe 3 dar. Diese weicht mit einer gemittelten Eishafkraft von 25,38 N hin zu einer stärkeren Eisadhäsion ab. Da bei den verwendeten Aluminiumproben die Problematik der Oberflächenbeeinflussung im Laufe der Zeit bekannt ist (vgl. Kapitel 5.3.5), stellt das Ergebnis der Reproduzierbarkeitsmessungen bei Betrachtung der statistischen Auswertung entsprechend der Erwartungen ein verhältnismäßig gutes Bild dar.

Die grafische Betrachtung der Haftkräfte der einzelnen Proben im Verlauf der Testreihen (Abbildung 41) stützt diesen Eindruck weitgehend.

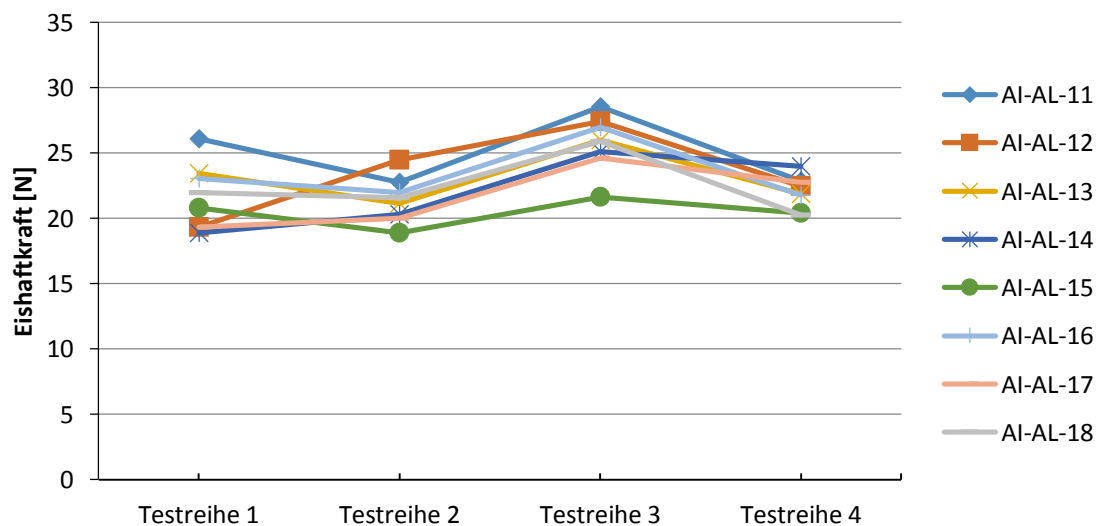


Abbildung 41: Grafische Darstellung der Haftkraftverläufe der Einzelproben in vier Reproduzierbarkeitstestreihen

Die Proben verhalten sich im Verlauf der vier Testreihen sehr ähnlich. In den Testreihen 1 und 2 verhalten sich die Proben nahezu gleich. Tendenziell ist von Reihe 2 zu Reihe 3 bei allen Proben eine Steigerung der Haftkräfte und von Probe 3 zu Probe 4 wieder ein Abfallen derselben zu beobachten. Befindet sich eine Probe mit der gemessenen Haftkraft im Vergleich mit den restlichen Proben im oberen Bereich bzw. unteren Bereich des Testfeldes, bleibt diese Orientierung im Versuchsreihenverlauf weitgehend erhalten. Eine kleine Ausnahme bezüglich dieses Trends stellt nur Probe Al-Al-12 dar, die in Testreihe 1 einen vergleichsweise niedrigen Haftwert aufweist, sich aber bei den restlich Testreihen im oberen Bereich der Proben aufhält.

Insgesamt ist auf Grundlage der durchgeführten Reproduzierbarkeitsmessungen festzuhalten, dass die Ergebnisse über mehrere Testreihen hinweg weitgehend vergleichbar erscheinen. Die Problematik der Oberflächenveränderung bei Aluminiumproben im Zeitverlauf erhöht bei den durchgeführten Versuchen u.U. die Streuung. Daher sind weitere Untersuchungen der Reproduzierbarkeit des Messverfahrens mit den gewählten Messparametern anhand der Untersuchung von weniger sensiblen Oberflächenproben in ausreichender Stückzahl zukünftig denkbar, um das Messverfahren statistisch noch zuverlässiger zu evaluieren. Da für diese Arbeit keine entsprechenden Oberflächen in ausreichender Stückzahl zu diesem Zweck zur Verfügung stehen, ist zumindest geplant, bei der Eishaftkraftmessung der gewählten Oberflächen stichprobenartige Wiederholungsmessungen durchzuführen, um die wiederholbare Erzielung konstanter Messwerte zu bestätigen (siehe Kapitel 6.3).

5.4 Testoberflächen und Auswahlkriterien

Da eine große Anzahl von Proben mit unterschiedlichen Beschichtungen zur Untersuchung vorliegen, sollen Beschichtungen die sich in ihren Eigenschaften sehr ähneln teilweise aussortiert werden, also nur die Beschichtungen die sich charakteristisch stark genug unterscheiden, ausführlich untersucht werden. Zur Vorauswahl wird die Benetzbarkeit der Oberflächen anhand der Kontaktwinkelmessung analysiert die interessantesten Proben für die Eisdhäsionsmessungen ausgewählt.

Alle zur Verfügung stehenden Probeoberflächen werden anhand der in Abbildung 42 dargestellten Nomenklatur benannt.

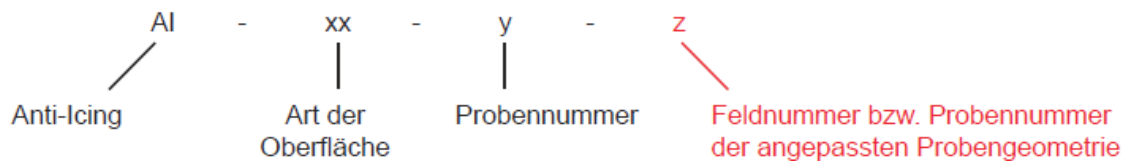


Abbildung 42 : Nomenklatur der Probenbezeichnung

Alle vorliegenden Proben mit einer Grundfläche von 80 mm x 80 mm erhalten die in Abbildung 42 schwarz gekennzeichnete Bezeichnung.

Auf den mikrostrukturierten Proben mit der Bezeichnung AI-15-y-z sind jeweils neun Felder mit unterschiedlichen Oberflächenstrukturen auf einer Fläche von jeweils ca. 20 mm x 20 mm aufgebracht. Diese Felder werden über die rot gekennzeichnete Variable z mit den Zahlen 1-9 durchnummeriert.

Die in den Voruntersuchungen genutzten unbehandelten Aluminiumproben erhalten die Kennzeichnung AI-AL-y.

Für die Proben, die für die Vereisungsversuche in der angepassten Probengeometrie zugeschnitten werden, steht z für die Teilprobennummer. Da aus einer ursprünglichen Probenplatte drei Proben mit der neuen Geometrie hergestellt werden können, erhalten die zugeschnittenen Proben die Teilnummern 1-3.

Die vorliegenden beschichteten Oberflächenproben sind beispielsweise mit Anti-Icing-Systemen beschichtet oder mit besonders hydrophoben bzw. hydrophilen Beschichtungen versehen. Zudem werden verschiedenen Trennmittel verwendet. Als Substrat für die Beschichtung wird grundsätzlich 3 mm starkes Aluminiumblech verwendet.

Bei den für die Charakterisierung der Anti-Icing-Eigenschaften ausgewählten Oberflächenbeschichtungen liegt konkret eine hydrophobe Siliziumoxid-Beschichtung (Pyrosil®) des Herstellers Innovent (AI-8) vor. Diese Probeurde über die sogenannte „chemical vapour deposition“, das CVD-Verfahren beschichtet, bei dem Siliziumatome bei einer Plasmabehandlung aus einer Gasphase abgeschieden werden, sodass sich auf der Substratoberfläche eine dünne Siliziumoxidschicht bildet [49] Weiter liegt mit SICAN® eine vom Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik (IST) beschichtete Probe (AI-10) vor, die eine besonders verschleißfeste Antihafbeschichtung auf Kohlenstoff-Siliziumbasis besitzen [50]. Weitere Oberflächen vom Fraunhofer Institut für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik (IGB) arbeiten mit einer Polyurethanfolie, auf die mittels eines Plasma-CVD-Prozesses Octafluorcyclobutan (C_4F_8) aufgetragen wird [51]. Zusätzlich zu dieser Beschichtung sind hierarchische Mikrostrukturen in die Oberflächen eingebracht worden (Probengruppe AI-15).

Zusätzlich zu den aus Vorarbeiten vorliegenden Proben, werden für diese Arbeit ein Satz neuer mit dem Pyrosil®-Verfahren beschichteten Testoberflächen von Innovent verwendet, die bereits in der angepassten Probengeometrie geliefert werden.

Die Auswahl der für die Charakterisierung und Eishaftkraftmessungen verwendeten Oberflächen wird in erster Linie über das Benetzungsverhalten, das durch die Kontaktwinkelbestimmung analysiert wird getroffen. Hier sind besonders die Proben von Interesse, die im Vergleich besonders hohe oder niedrige Kontaktwinkel aufweisen. Zusätzlich wird vorausgesetzt, dass die Oberflächen homogene Eigenschaften aufweisen. Bei der Kontaktwinkelmessung auftretende hohe Streuungen der Messergebnisse auf der Oberfläche, deuten auf Inhomogenitäten hin [18]. Da bei inhomogenen Oberflächen schlecht abzuschätzen ist, welche Eigenschaften gerade an der Position auftreten, an der die Eisschicht aufgefroren wird, disqualifizieren sich diese Proben für die Eisadhäsionsmessungen. Ein weiterer Aspekt, der bei der Probenauswahl zu beachten ist, ist der Probenzustand. Einige Proben zeigen bereits offensichtliche Alterungserscheinungen, wie Kratzer oder angelaufene Oberflächen. Diese sind auf teils auf die längere Lagerung, aber auch auf den Einfluss zuvor mit diesen Proben durchgeführter Versuche zurückzuführen. Stark verunreinigte, angelaufene oder zerkratzte Oberflächen werden für die weiteren Untersuchungen von vorn herein ausgeschlossen.

Zur Untersuchung des Ansatzes von Golovin et al., nach dem Oberflächen mit elastischen Eigenschaften für eine drastische Reduktion von Eishaftkräften führen können [25], werden für diese Arbeit Oberflächen hergestellt, die die Eigenschaften der von Golovin et al. untersuchten Oberflächen nachahmen sollen. Hierzu ist eine elastische Beschichtung nötig, die auf einen der Aluminiumträger mit genügend hoher Haftung aufgebracht werden kann. Zudem soll dem Material analog zu den Beschichtungen von Golovin et al. Schmiermittel beigemischt werden können. Da sich die Handhabung des zur Herstellung der Silikonformen zur Eisschichtherstellung verwendeten Elastosils® als unkompliziert erwiesen hat, wird versucht aus diesem Material Silikonfolien herzustellen, die zum Teil mit unterschiedlichen Konzentrationen eines bei der Herstellung beigemischten Silikonöls versehen sind.

Bevor die eigentlichen Silikonfolien hergestellt werden, wird Vorversuchen das Verhalten des Silikon- / Öl-Gemischs bei der Aushärtung analysiert. Dabei werden unterschiedliche Massenanteile des Öls zusammen mit den Komponenten in Laborschalen gemischt und ausgehärtet. Das Ergebnis dieser Voruntersuchungen ist in Abbildung 43 dargestellt.



Abbildung 43: Ergebnisse der Vorversuche zur Silikonfolienherstellung mit (a) 0 %, (b) 5 %, (c) 10 %, (d) 20 % und (e) 30 % Ölanteil.

Bei Ölanteilen bis 20 % ergeben die Vorversuche zufriedenstellende Ergebnisse. Bei einer Ölkonzentration von 30% hingegen wird der Ölanteil nicht mehr vollständig in der Silikonmatrix gebunden und es scheidet sich Öl auf der Oberfläche aus.

Für die Herstellung der Silikonfolien werden mit 5 % Ölanteil eine geringe und mit 20% Ölanteil eine hohe Ölkonzentration gewählt. Zum Vergleich wird eine dritte Silikonfolie ohne die Beimischung von Öl hergestellt.

Bei der Herstellung der Silikonfolien wird die fertig angemischte und im Vakuum entgaste Silikon - / Öl-Masse zwischen zwei Glasplatten zur Folienherstellung, die zur besseren Ablösbarkeit der gegossenen Folie mit Trennfolie beschichtet werden. Die gewünschte Foliendicke von 1 mm wird über die Positionierung von Fühlerlehrenband zwischen den Glasplatten eingestellt.

Die fertig ausgehärteten Folien werden in 18 mm x 18 mm große Quadrate geschnitten, und mit Schleifpapier einseitig leicht aufgeraut. Die Aluminiumprobe entsprechend der angepassten Probengeometrie wird ebenfalls zur Verbesserung der Haftung angeschliffen und im Ultraschallbad in Aceton gereinigt. Als Bindemittel zur Aufbringung der Silikonfolien auf die Aluminiumproben wird ein ebenfalls bei Raumtemperatur aushärtender Einkomponenten-Silikonkautschuk Elastosil® E41 des Herstellers Wacker Silicones verwendet.

Eine auf diese Weise hergestellte Oberflächenprobe wird in Abbildung 44 gezeigt.



Abbildung 44: Aluminiumprobenträger mit Silikonbeschichtung (Ölanteil 0%)

Die händische Überprüfung der Adhäsion der Silikonschicht auf der Aluminiumprobe zeigt eine hohe Adhäsionsfestigkeit, die für die Zentrifugentests aufgrund der geringen Masse der Silikonschicht ausreicht.

Da die eigentliche Auswahl der zu testenden Oberfläche für die Eishaftkraftmessungen hauptsächlich auf Grundlage der Ergebnisse der Kontaktwinkelanalysen erfolgt, wird diese konkret nach den Kontaktwinkelmessungen in Kapitel 6.1 durchgeführt.

6 Ergebnisse

Zur Charakterisierung der Anti-Icing-Eigenschaften der verschiedenen Oberflächen werden die vier beschriebenen Methoden der Kontaktwinkelmessung, der Rauigkeitsmessung, der Eishaftkraftbestimmung und der optischen Analyse der untersuchten Oberflächen durchgeführt. Die Ergebnisse, die anhand dieser Charakterisierungsmethoden ermittelt werden, werden in diesem Kapitel dargestellt, auf Zusammenhänge zwischen den gemessenen Größen untersucht. Auf dieser Grundlage wird diskutiert, weshalb die untersuchten Oberflächen sich bei der Eisvermeidung und erleichterten Eisentfernung hervortun, im Vergleich zu unbehandeltem Aluminium ähnliche Eigenschaften zeigen oder ein eisförderndes Verhalten aufweisen.

6.1 Hydrophobe Eigenschaften und Auswahl der Testoberflächen

Um eine Entscheidungsgrundlage für die Auswahl der zu charakterisierenden Oberflächen zu schaffen, wird für alle vorhandenen Proben zur Bestandsaufnahme und Zustandsbeurteilung eine ausführliche Kontaktwinkelvermessung aller vorhandenen Proben anhand des in Kapitel 5.1 vorgestellten Verfahrens durchgeführt. Ziel der Untersuchung ist zum einen die Charakterisierung des Benetzungsverhaltens der Oberflächen, also die Ermittlung der

hydrophilen oder hydrophoben Eigenschaften der Proben. Zum anderen sollen die Messungen Rückschlüsse über die Homogenität des Werkstoffverhaltens an der Probenoberfläche ermöglichen. Bei größeren Streuungen der gemessenen Kontaktwinkel an den unterschiedlichen Messpositionen auf einer Probe müsste eine Eisadhäsionsuntersuchung ebenfalls an mehreren Positionen auf einer Probe durchgeführt werden, um eine statistisch validierbare Auswertung der Eishaftkraftmessung zu ermöglichen. Da mit dem derzeitigen Versuchsaufbau für die Eishaftkraftbestimmung nur an einer Position am Probenrand gemessen werden kann, ist dies nicht möglich. Aus diesem Grund sind Oberflächen, deren Eigenschaften auf einer Probe stärker variieren mit dem problematisch.

Bei allen Probenplatten mit einer Grundflächen vom 80 mm x 80 mm (Proben Al-8 und Al-10) werden aufgrund der genügend großen Fläche jeweils zehn Wassertropfen zur Ermittlung eines gemittelten Kontaktwinkels auf der Oberfläche abgesetzt, wobei darauf geachtet wird, dass jeweils zwei Tropfen (Tropfen 1 und 10) in den später für die Eisadhäsionsmessungen wichtigen Randbereichen abgesetzt werden. Im Fall der Proben, die in der angepassten Geometrie vorliegen, werden aus Platzgründe jeweils fünf Tropfen im für die Eisadhäsionsmessung relevanten und bei der Probenfertigung unberührten Bereich abgelegt. Angemerkt sei, dass die teilweise sehr sensiblen Oberflächen nicht wie die unbehandelten Aluminiumproben in den Vorversuchen mit Aceton gereinigt, sondern vor der Kontaktwinkelmessung schonend mit einem Edelgas abgeblasen werden. Einfache Druckluft wird in diesem Fall nicht verwendet, da eine Oberflächenkontamination durch Schmierstoffe aus dem Druckluftsystem vermieden werden soll.

In Tabelle 11 sind ausgewählten Proben mit einer Kurzbeschreibung der Art der Beschichtung abgebildet.

Tabelle 11: Werkstoffbezeichnungen der für die weiteren Untersuchungen gewählten Proben.

ID	Hersteller Oberfläche	Beschichtung auf Aluminium
Al-AL-(1-21)	DLR	Aluminiumproben für Vorversuche (Walzrichtung Längs)
Al-8-(1-5)	Innovent	hydrophobe CVD-Beschichtung (Pyrosil®)

Al-10-(1-6)	IST	SICAN
Al-15-3-2	IGB	PU-Folie + 9 Felder grobe Mikrostruktur + C4F8
Al-15-3-3	IGB	PU-Folie + 9 Felder grobe Mikrostruktur + C4F8
Al-15-3-7	IGB	PU-Folie + 9 Felder grobe Mikrostruktur + C4F8
Al-16-(1-6)	Innovent	hydrophile Beschichtung (Pyrosil®)
Al-17-(1-6)	Innovent	hydrophobe Beschichtung (Pyrosil®)
Al-18-(1-6)	DLR	Silikonschicht mit 0 Ma% Ölanteil
Al-19-(1-6)	DLR	Silikonschicht mit 5 Ma% Ölanteil
Al-20-(1-6)	DLR	Silikonschicht mit 20 Ma% Ölanteil

Gemäß der in Kapitel 5.4 festgelegten Auswahlkriterien für die Proben, die in ihren Benetzungseigenschaften besonders hervortreten, werden folgende Testoberflächen für die weiteren Untersuchungen herangezogen:

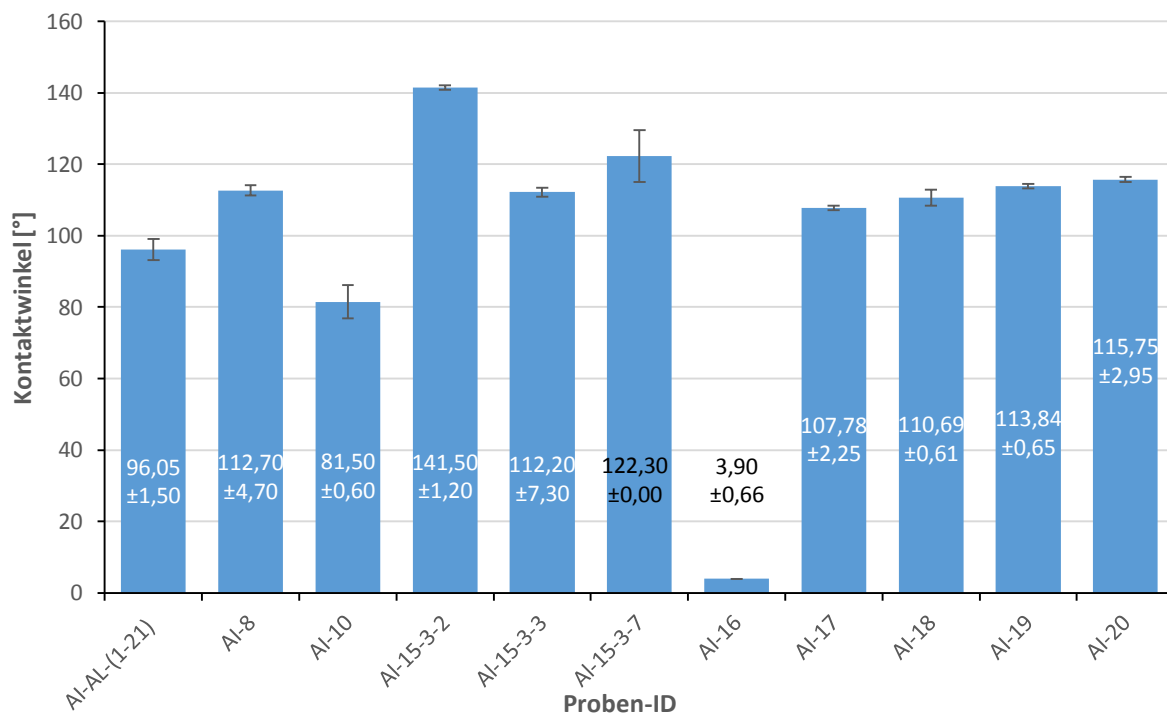


Abbildung 45: Kontaktwinkel der für die weiteren Untersuchungen gewählten Proben

Von den ausgewählten Proben weisen die Aluminiumproben aus den Voruntersuchen mit einem Kontaktwinkel von 96,05° einen durchschnittlichen Kontaktwinkel auf. Die hydrophobe Pyrosilbeschichtung von Innovent (Al-8) zeigt im Vergleich zu allen anderen Proben mit einem gemittelten Kontaktwinkel von 112,70° schon ein hydrophobes Verhalten.

Bei Probengruppe Al-17 handelt es sich um neue, von Innovent im Pyrosil®-Verfahren beschichtete Aluminiumsubstrate, die laut Hersteller superhydrophobe Eigenschaften aufweisen sollen. Der gemessene statische Kontaktwinkel liegt jedoch mit einem durchschnittlichen Wert von $107,8^\circ$ deutlich unter dem superhydrophoben Bereich. Da bei diesen neuen Proben keine Alterungseffekte beachtet werden müssen, ist eine weitere Charakterisierung dennoch interessant.

Den höchsten Kontaktwinkel aller gemessenen Proben weist die das grob strukturierte Polyurethanfolienfeld Al-15-3-2 mit einem Kontaktwinkel von $141,5^\circ$ auf. Die Bestimmung der entsprechenden Eishaftkraft und die Charakterisierung der Oberfläche werden demnach verfolgt. Da pro unterschiedlicher Strukturierung jeweils nur ein Probenfeld vorhanden ist, ist zu beachten, dass in einem Eisadhäsionstest lediglich ein Anhaltspunkt für die Quantifizierung der Eishaftkraft auf einer solchen Oberfläche ermittelt werden kann. Eine statistische Absicherung des gemessenen Wertes über die Prüfung mehrerer identischer Oberflächenproben, ist demnach allgemein für die vorliegenden, hierarchisch strukturierten Oberflächen nicht möglich. Die anhand dieser Proben ermittelten Werte stellen damit nur mögliche Trends des Einflusses der Oberflächenstruktur auf die Anti-Icing-Eigenschaften dar. Die Folienfelder Al-15-3-3 und Al-15-3-7 werden ausgewählt, da sie bei der Herstellung der angepassten Probengeometrie für das Folienfeld Al-15-3-2 aus derselben Probenplatte gewonnen werden können und im Vergleich zu den anderen möglichen Feldern mit Kontaktwinkeln von $112,2^\circ$ bzw. $122,3^\circ$ die hydrophobsten Eigenschaften aufweisen. Das stark hydrophobe Verhalten von Probe 15-3-2 spiegelt sich in der kugelförmigen Tropfenkontur in der Kontaktwinkelmessung aus Abbildung 46 wieder.

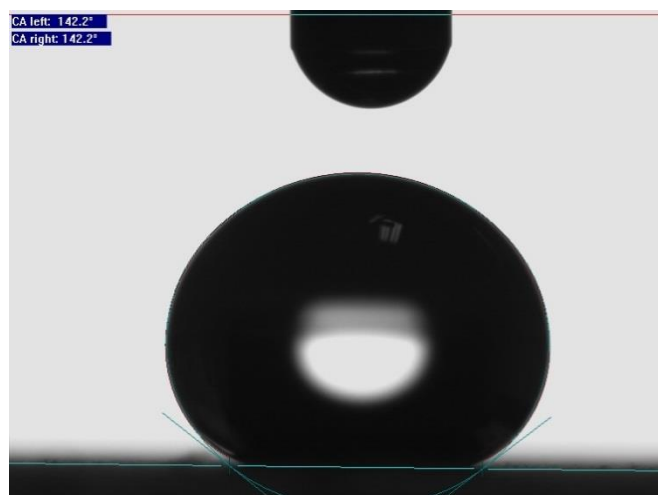


Abbildung 46:Kontaktwinkel der Probe Al-15-3-2

Die drei Proben der Gruppe AI-10 haben im Vergleich der großflächigen Proben mit einem durchschnittlichen Kontaktwinkel von $81,5^\circ$ den geringsten Kontaktwinkel. Um zu überprüfen, in wie weit sich dieser leicht hydrophobe Charakter auf die Eisadhäsion auswirkt, werden die die Proben in das Prüfportfolio aufgenommen. Es handelt sich um die hydrophile SICAN®-Beschichtungen auf Kohlenstoff-Siliziumbasis vom Fraunhofer IST.

Die mit Abstand hydrophilsten Oberflächen stellen die neuen, ebenfalls über das Pyrosil®-Verfahren hergestellten, superhydrophilen Proben von Innovent (AI-16) dar. Der Messwert für den Kontaktwinkel ist hier mit $3,9^\circ$ angegeben. Da die aufgetragenen Wassertropfen auf der Oberfläche so stark spreiten, dass jeweils nur ein Tropfen auf den 19 mm breiten Proben im Messrelevanten Bereich abgelegt werden kann, können hier keine Wiederholungsmessungen an unterschiedlichen Positionen zur Ermittlung eines gemittelten Kontaktwinkels durchgeführt werden. Da das aufgetragene Wasser bei den Messversuchen auf diesen Proben so stark spreitet, ist die Ermittlung eines Messwertes nur in wenigen Fällen möglich. Der gemessene Kontaktwinkel von $3,9^\circ$ steht hier für die einzige Messung, bei der der Kontaktwinkel groß genug ist, um auf beiden Seiten des aufgetragenen Tropfens gemessen zu werden. Der Messwert steht somit für einen Maximalwert, weshalb insgesamt davon auszugehen ist, dass sich für die Einzelproben teilweise über die optische Auswertung nicht mehr messbare Kontaktwinkel von $\theta \leq 3,9^\circ$ ergeben. Die extreme Spreitung des Wassertropfens auf der Oberfläche ist in der Aufnahme der Kontaktwinkelmessung in Abbildung 47 dargestellt.

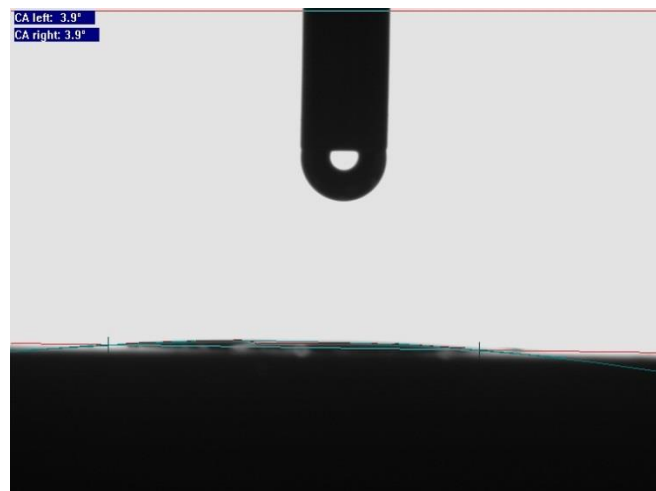


Abbildung 47: Kontaktwinkel der Probe AI-16

Die Probengruppen AI-18, AI-19 und AI-20 sind mit Silikonfolien beschichtet, die mit Silikonöl in den Konzentrationen 0%, 5% und 20% modifiziert wurden. Ziel war es, den Effekt von verschiedenen elastischen Oberflächen auf die Eisadhäsion zu untersuchen. Die

unterschiedlichen Massenanteile des beigemischten Öls bewirken, wie zu erwarten, steigende gemittelte Kontaktwinkel von 110,7°, 113,87° und 115,75° bei steigender Ölkonzentration.

Bei der Auswahl der näher zu untersuchenden Oberflächenproben ergibt sich ein Probenportfolio, dass starke und leichte hydrophobe bzw. hydrophile Proben enthält. Der durchschnittliche Kontaktwinkelbereich ist durch die ausführlichen Eishafkraftuntersuchungen der Aluminiumproben aus den Vorversuchen bereits abgedeckt. Alle gewählten Proben weisen eine geringe Standardabweichung auf.

Aus den ausgewählten Testoberflächen, die in der großflächigen Probengeometrie vorliegen, werden aus zwei der drei Probenplatten jeweils drei Einzelproben der angepassten Probengeometrie gefertigt, sodass je Probengruppe sechs zu prüfende Einzelproben zur Verfügung stehen. Die jeweils dritte Probenplatte wird für weiterführende Arbeiten vorerst in der großflächigen Kontur beibehalten. Bei der Auswertung der Ergebnisse ist darauf zu achten, dass von den Einzelproben der Gruppe Al-15 jeweils nur eine Probe zur Verfügung steht. Eine weitere Ausnahme bildet Probengruppe Al-8, bei der nur fünf Proben vorliegen, da im Zuge der Fertigung eine Probe beschädigt wurde.

6.2 Analyse der Oberflächenstrukturen

Zur Analyse der Oberflächentopografien der verschiedenen Proben werden die gemessenen Rauigkeitswert, aber auch die aufgenommenen Mikroskopiebilder der Proben herangezogen.

Die Rauigkeitsmessungen mit dem Profilometer werden gemäß der Norm DIN EN ISO 4787 bzw. 4288 durchgeführt. Da die Oberflächenrauigkeiten nicht bekannt sind, wird in vertikaler Ausrichtung ein Bereich von 350µm gescannt. Die Gesamtlänge der in fünf Einzelstrecken unterteilten Messstrecke beträgt bei einer gewählt Grenzwellenlänge von $\lambda_c=2,5$ mm der Länge $l_r=12,5$ mm. Genutzt wird ein Objektiv mit 50-facher Vergrößerung. Bei der Messung entstehen bei dieser Parameterkombination die in Abbildung 48 beispielhaft dargestellten Rauigkeitsprofile, die in 34248 Rohdatenpunkte hinterlegt und von der Messsoftware mit der Ermittlung von R_z , R_{max} , R_a , und R_q statistisch ausgewertet werden. Die Rauigkeitstiefen des Beispiels von Probe A-16-7 bewegen sich zwischen ca. -3,3 und 4,8 µm.

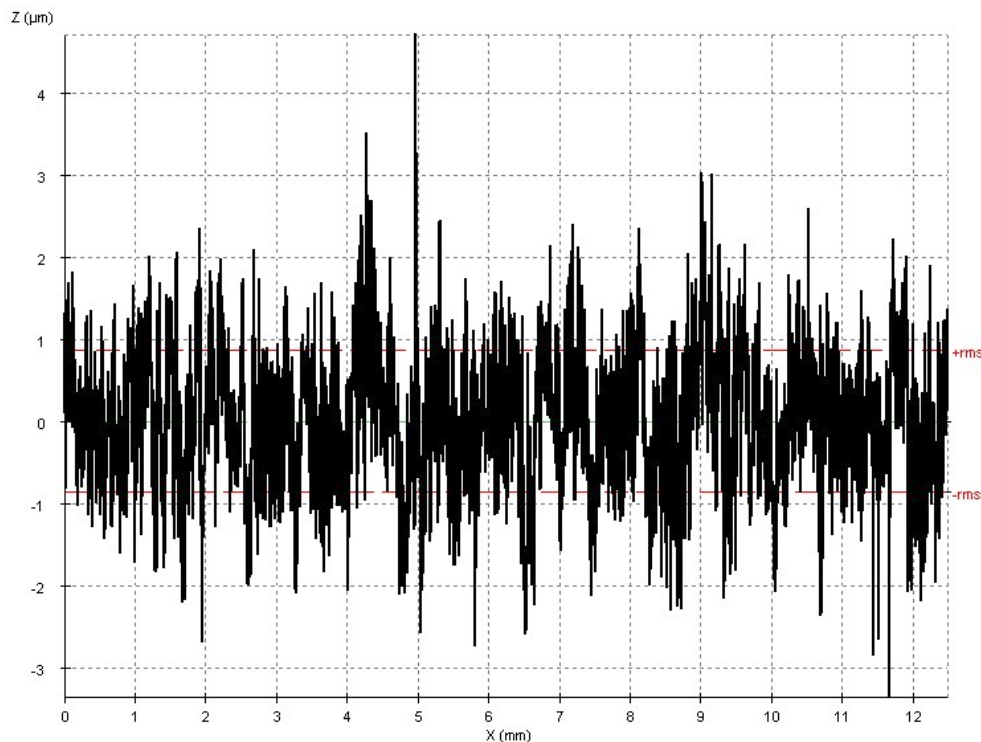


Abbildung 48: Rauigkeitsprofil Probe Al-16-7, $\lambda_c = 2,5\text{mm}$, $l_r = 12,5\text{ mm}$

Die Ergebnisse der Rauigkeitsmessungen für die gewählten Proben sind in Tabelle 12 dargestellt, wobei die Vermessung der drei ausgewählten, strukturierten Oberflächen aus Probengruppe Al-15 aufgrund der definierten Oberflächenstrukturen nicht in Frage kommt. Eine Beurteilung der Oberflächentopografie erfolgt daher anhand der Mikroskopiebilder dieser Proben. Zudem ist eine valide Messung der Oberflächenrauigkeit der rot gefärbten Silikonbeschichtungen aufgrund einer schwachen Kontrastierung mit dem gewählten konfokalen Profilometer nicht möglich.

Tabelle 12: Ergebnisse der Rauigkeitsmessungen der ausgewählten Proben.

Proben-ID	gemittelte Rautiefe R_z [μm]	maximale Rautiefe R_{max} [μm]	arithmetischer Mittelrauwert R_a [μm]	quadratischer Mittelrauwert R_q [μm]
Al-AL-11	15,89	20,63	1,183	1,695
Al-8	22,15	45,13	1,499	2,039
Al-10	8,236	15,02	0,463	0,639
Al-16	5,664	6,827	0,685	0,858
Al-17	6,444	8,362	0,731	0,931

Die Betrachtung der gemessenen mittleren Rautiefen R_z zeigt, dass die einfach beschichteten, unstrukturierten Proben mit Werten von $R_z < 20\mu\text{m}$ als vergleichsweise glatte Oberflächen bezeichnet werden können. Im Vergleich zur unbeschichteten Aluminiumprobe Al-AL-11 (R_z

= 15,89 μm) weisen die Plasmabeschichteten Oberflächen besonders geringe Rauigkeitswerte auf. Lediglich die im Pyrosil[®]-Verfahren beschichtete Oberfläche (Al-8) ist mit $R_z = 22,15\mu\text{m}$ etwas rauer als die restlichen Proben.

Die gemessenen Rauigkeitswerte stimmten mit der optischen Auswertung der Ergebnisse der Mikroskopie weitgehend überein. Abbildung 49 zeigt die entsprechenden Oberflächen.

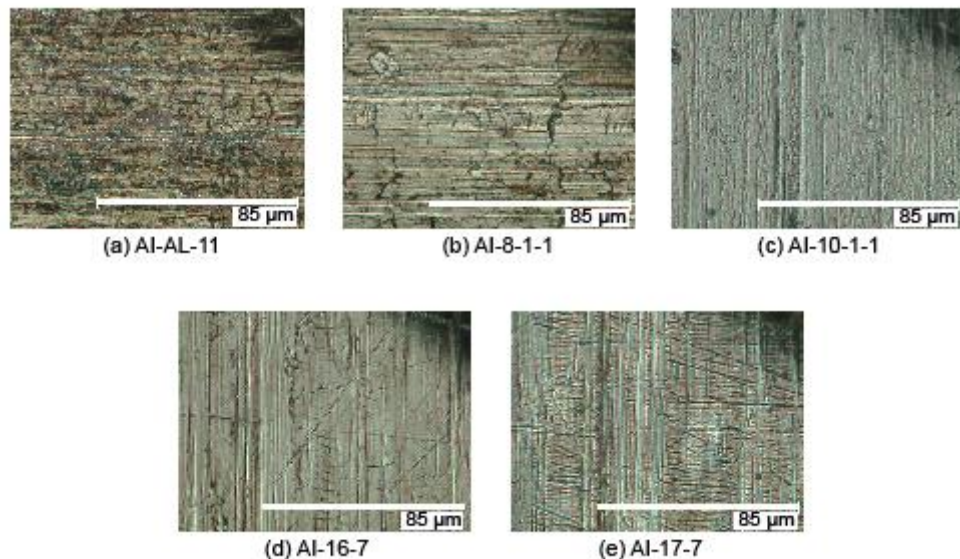


Abbildung 49: Mikroskopieaufnahmen der Oberflächen (a) Al-AL-11 (b) Al-8-1-1 (c) Al-10-1-1 (d) Al-16-7 (e) Al-17-7 in 2500-facher Vergrößerung

Die beiden Proben mit den höheren Rauigkeitswerten (Al-AL11 und Al-8-1-1) zeigen auch in der Mikroskopie an der Oberfläche die rauesten Erscheinungsbilder. Es sind deutlich Risse und Riefen in der Oberfläche zu erkennen, die im Fall der unbehandelten Aluminiumprobe deutlich unregelmäßiger verlaufen. Probe Al-17-7 zeigt für den geringen gemessenen Rauigkeitswert im Vergleich zur ähnlich rauen Probe Al-16-7 vergleichsweise viele Riefen. Da diese jedoch erkennbar eine geringere Höhendifferenz (geringerer Kontrast) zwischen Erhebungen und Tälern auf der Oberfläche als die beiden besonders rauen Proben aufweisen, erklärt sich der im Vergleich geringe ermittelte R_z -Wert, zumal bei dessen Berechnung lediglich die Differenz zwischen Höhenmaxima und -minima berücksichtigt wird. Die Anzahl der Erhöhungen oder Vertiefungen fließt hingegen nicht in die Berechnung ein.

Die Analyse der Oberflächeneigenschaften der mikrostrukturierten Beschichtungsfolien aus Probengruppe 15 erfolgt anhand der Auswertung der Mikroskopieergebnisse. In Abbildung 50 sind die Draufsicht auf die drei strukturierten Oberflächen in 200-facher Vergrößerung, sowie die qualitative 3D-Darstellung der Geometrie der aufgetragenen Erhebungen oder Vertiefungen dargestellt.

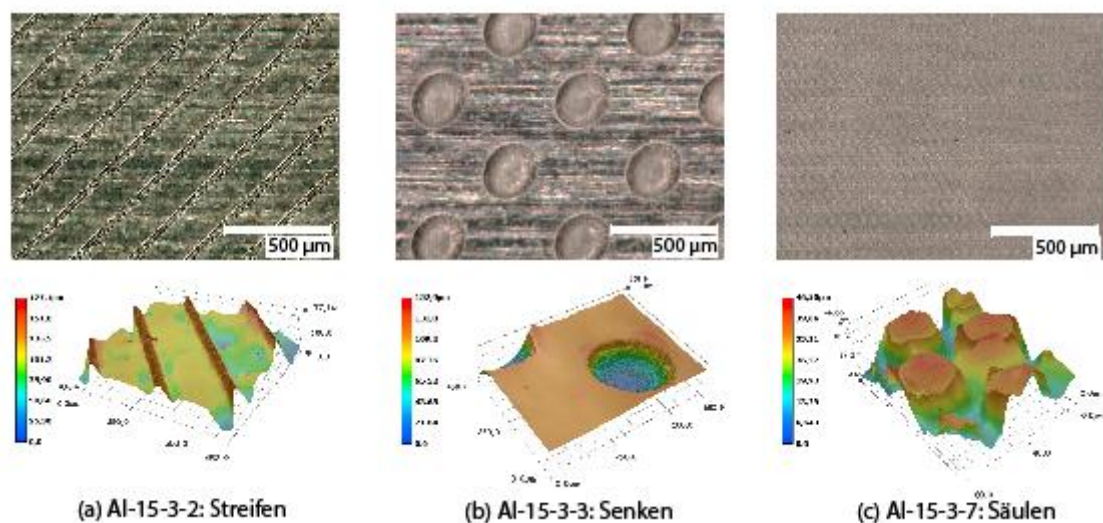


Abbildung 50: Mikrostruktur der hierarchisch strukturierten Oberflächen (a) Al-15-3-2: Streifen (b) Al-15-3-3: Senken (c) Al-15-3-7: Säulen

Die drei ausgewählten Oberflächen besitzen unterschiedliche Geometrien der aufgetragenen Mikrostruktur. Bei Probe (a) sind durch die Plasmabehandlung feine streifenförmige Erhöhungen (Breite 35,6 µm), in größeren Abständen von ca. 176,4 µm in die PU-Folie eingebracht worden. Diese Streifen verlaufen ohne Unterbrechung über die gesamte Oberfläche. Bei Probe (b) handelt es sich um eine grobe Struktur aus runden Senken mit einem Durchmesser von ca. 253 µm, die in gleichmäßigen Abständen über die Folie verteilt ist. Probe (c) besitzt im Vergleich eine deutlich feinere Struktur. Hier sind in geringen, abermals gleichmäßigen Abständen runde, säulenartige Erhöhungen in die Oberfläche eingebracht. Der Durchmesser einer solchen Erhöhung ist mit ca. 32,3 µm deutlich geringer als bei den groben Senken von Probe (b).

Die genauen Maße und Strukturgeometrien dieser drei Oberflächen sind ausführlich in Tabelle 13 aufgeführt.

Tabelle 13: Geometrie der Mikrostrukturierung von Probengruppe 15 (ermittelt durch Bemaßung der Mikroskopieaufnahmen).

Proben-ID	Art der Struktur	Breite bzw. Durchmesser [µm]	Höhe bzw. Tiefe [µm]	geringster Abstand zur nächsten Struktur [µm]
Al-15-3-2	Streifen	35,6	66,1	176,4
Al-15-3-3	Senken	253,0	124,2	491,5
Al-15-3-7	Stäbchen	16,7	32,3	49,5

Zusammenfassend unterscheiden sich die drei Strukturen neben den unterschiedlichen Typen der Erhöhungen bzw. Vertiefungen in der Feinheit der Strukturen, wobei Probe AI-15-3-7 die feinsten Erhebungen im geringsten Abstand zueinander und Probe 15-3-3 mit ihren tiefen, weit auseinanderliegenden Senken die größte Struktur aufweist.

6.3 Quantifizierung der Eishaftkräfte

Für jede der in Kapitel 6.1 ausgewählten Proben werden gemäß der festgelegten Versuchssparameter die Eishaftkräfte im Zentrifugenmessstand bestimmt. Pro Oberfläche werden sechs Proben geprüft. Ausnahmen bilden nur die mikrostrukturierten Polyurethanfolien aus Probengruppe AI-15 (jeweils eine) und Probengruppe AI-8 (fünf Proben). Gemäß der Untersuchungsergebnisse des Benetzungsverhaltens der Oberflächen werden für die hohen Kontaktwinkel der mikrostrukturierten Oberflächen besonders geringe Eishaftkräfte erwartet. Auf der anderen Seite werden von den stark hydrophilen Pyrosil®-Proben (AI-16) besonders hohe Eishaftkräfte erwartet. Das tatsächlich ermittelte Eisadhäsionsverhalten der geprüften Oberflächen ist in einer Übersicht in Abbildung 51 zusammengestellt.

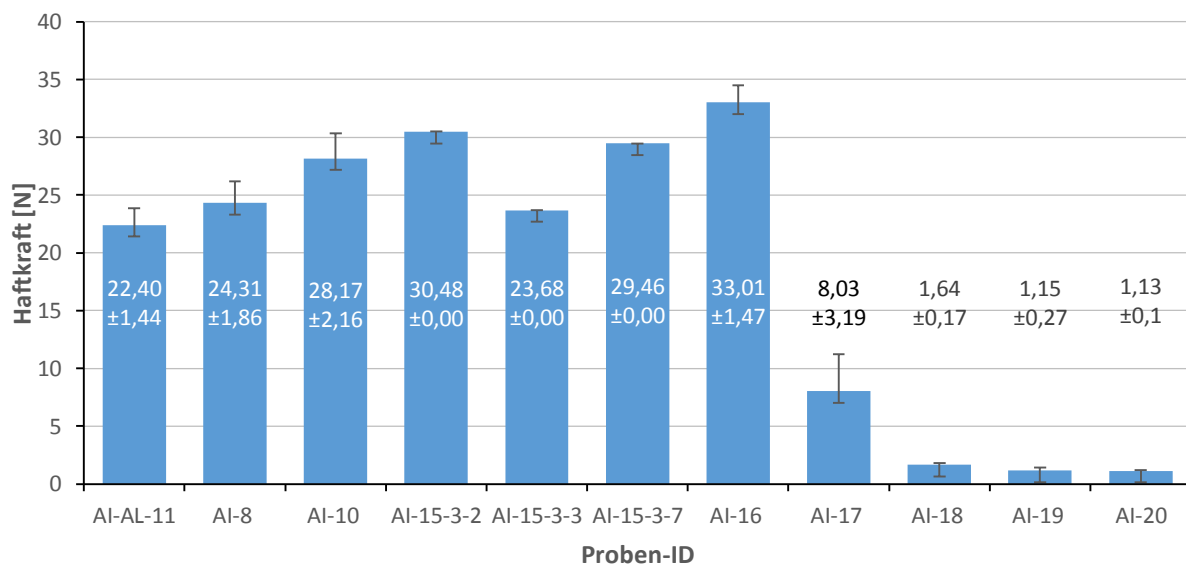


Abbildung 51: Vergleich der gemessenen Eishaftkräfte aller Proben; Versuchssparameter: -10°C, 3,5mm Eisschichtdicke, Raueis

Bei der Quantifizierung der gemessenen Eishaftkräfte zeigen die Testoberflächen in ihrem Eisadhäsionsverhalten zum Teil extreme Unterschiede. Verglichen mit den unbeschichteten Aluminiumproben, die in den Reproduzierbarkeitsmessungen eine durchschnittliche Eishaftkraft von $22,40 \pm 1,44\text{N}$ ergaben, weist die stark hydrophile Pyrosil®-Oberfläche von

Innovent (AI-16) die deutlich höchste Eishafkraft auf. Auch die leicht hydrophilen SICAN-Proben vom Fraunhofer IST zeigen mit einer Eishafkraft von $28,17 \pm 1,47\text{N}$ erwartungsgemäß einen vergleichsweise hohen Haftwert.

Die Vermutung von besonders niedrigen Haftkräften bei den strukturierten PU-Folien aus Probengruppe AI-15 lässt sich hingegen nicht bestätigen. Hier tritt sogar ein gegenteiliger Effekt auf, denn gerade Probe AI-15-3-2, die durch ihr Rillenprofil den höchsten Kontaktwinkel aufweist, liegt mit einer Eishafkraft von $30,48\text{N}$ nur geringfügig unterhalb der extrem hydrophilen Pyrosil®-Probe. Da für die strukturierten Oberflächen jeweils nur ein Probekörper zur Messung vorliegt, ist dieses Ergebnis statistisch nicht belastbar. Ein Blick auf die anderen beiden geprüften Oberflächen dieser Art mit einem Säulen- bzw. Senkenprofil kann diesen Trend der hohen Eishaftung jedoch bestätigen.

Ein möglicher Erklärungsansatz für die, trotz der guten wasserabweisenden Wirkung der strukturierten Oberflächen, hohen gemessenen Eishafkräfte kann in der Auswirkung der mechanischen Bindung des Eises an der Oberfläche gegeben werden. Aufgrund der hohen Haftwerte ist davon auszugehen, dass beim Gefriervorgang mit einem Wasservolumen von $200\mu\text{l}$ das Eigengewicht des Wassers ausreicht, um in die Mikrostruktur einzudringen. Somit sind die Zwischenräume der Strukturelemente nicht mehr mit Luft gefüllt. Vielmehr sorgt das höhere Eigengewicht des Wassers für ein Einsinken in die Strukturzwischenräume während des Gefriervorganges. Die in der Silikonform befindliche Wassersäule befindet sich demnach im Wenzel Stadium. Erstarrt die Eisschicht in diesem Zustand, bildet sich im Vergleich zu glatteren Oberflächen ein Effekt der mechanischen Verzahnung der Eisschicht in den Vertiefungen der Oberfläche. Dies resultiert in einer unerwünschten starken Steigerung der Eishafkraft, trotz der eigentlich stark hydrophoben Eigenschaften der strukturierten Oberflächen.

Bei den hydrophoben Pyrosil®-Oberflächen von Innovent (AI-17) werden erwartungsgemäß im Vergleich sehr niedrige Haftkräfte gemessen. Mit einer gemittelten Haftkraft von $8,03 \pm 3,19\text{N}$ kann die Eishaftung, die auf einer unbeschichteten Aluminiumprobe gemessen wird, mehr als halbiert werden. Auffällig ist hier die vergleichsweise hohe Streuung der Messergebnisse. Die Einzelproben dieser Beschichtungsgruppe scheinen unterschiedliche Eishaftungscharakteristika aufzuweisen. Im Vergleich mit den Proben mit durchschnittlichen oder hohen Haftwerten weisen allerdings sämtliche Einzelproben mit Messwerten im Intervall von $2,13\text{ N}$ bis $11,37\text{N}$ eine wesentlich niedrigere Eisadhäsion auf.

Noch wesentlich geringere Eishaftrkäfte können konstant in der Gruppe der Silikonbeschichtungen nachgewiesen werden. Mit durchschnittlichen Messwerten von $1,13 \pm 0,09$ N bei einem Ölanteil von 20 Ma% bis $1,64 \pm 0,17$ N bei der Silikonschicht ohne Ölanteil betragen die Eishaftrkäfte hier nur noch rund ein Zwanzigstel der gemessenen Kräfte bei einer unbeschichteten Aluminiumprobe. Die gute Reduktion der Eishaftrkäfte durch die Verwendung von elastischen Oberflächenbeschichtungen, die in der Studie von Golovin et al. vorgestellt werden [25], kann demnach bestätigt werden. Die Zumischung des Silikonöls in der hohen Konzentration bewirkt eine weitere Reduktion der Eishaftung um 31,1%. Der bei 5% Ölanteil gemessene Haftwert ist mit 1,15 N allerdings nur geringfügig höher angesiedelt. Dies legt nahe, dass sich durch die Beimischung des Öls an der Materialoberfläche unabhängig von der Ölkonzentration konstant ein dünner Ölfilm befindet, der die Eisanhaftung erschwert.

Die gemessenen Eishaftrkäfte für Probengruppe Al-8 bewegen sich mit $24,31 \pm 1,85$ N leicht über dem Niveau der in den Vorversuchen getesteten unbeschichteten Aluminiumproben. Da die Eisadhäsionscharakteristik dieser Proben, ähnlich der Aluminiumproben, weder besonders „eisphob“, noch besonders stark haftend ist, wird mit diesem Probensatz exemplarisch eine Wiederholungsmessung durchgeführt, um die Reproduzierbarkeitsmessungen mit den sensiblen Aluminiumoberflächen zu verifizieren. Ein Vergleich der gemessenen Eishaftrkäfte beider Testreihen ist in Abbildung 52 dargestellt.

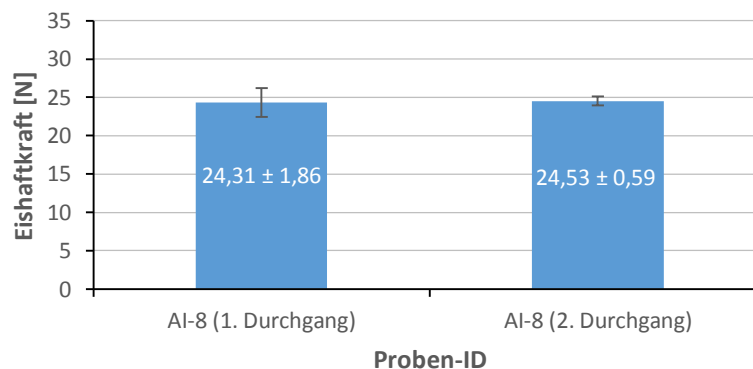


Abbildung 52: Ergebnisse der Wiederholungsmessung zur Eishaftrkraftbestimmung von Oberfläche Al-8; Versuchsparameter: -10°C , 3,5mm Eisschichtdicke, Raueis

Da hier die Problematik der auf äußere Einflüsse so sensibel reagierenden Aluminiumoberfläche nicht greift, zeigt sich eine noch bessere versuchsreihenübergreifende Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Insgesamt decken die ausgewählten Proben den Bereich von sehr niedrigen Eishaftkräften von 1,13N bis hin zu sehr hohen Haftkräften von 33,01N ab. Dabei hat sich gezeigt, dass die gewählte Messmethode die Quantifizierung der Eisadhäsion von Oberflächen mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften ermöglicht. Innerhalb der Versuchsreihen treten bei Oberflächen mit konstanten Eigenschaften grundsätzlich mit nur einer Ausnahme (AI-17) geringe Streuungen der Messergebnisse auf. Diese liegen zumeist unterhalb einer prozentualen Standardabweichung von deutlich unter zehn Prozent.

Im Vergleich zu Studien, bei denen sich das Eis bei hohen Haftkräften nicht vollständig von den Testoberflächen ablöst [38], sondern ein kohäsiver Bruch entsteht, kann dieses Verhalten bei der gewählten Messmethode bei keiner der untersuchten Oberflächen beobachtet werden. Dies kann einerseits in der Wahl der Methode zur Probenvereisung liegen, da das Eis in einem Stück und nicht schichtweise aufgefroren wird. Andererseits ist es möglich, dass die gleichmäßige Krafteinleitung, die durch die Nutzung der Zentrifugalkraft auf die aufgefrorenen Eisschichten wirkt, die Wahrscheinlichkeit für einen kohäsiven Bruch im Vergleich zu anderen Verfahren, bei denen die Kraft direkt auf den Eisblock einwirkt, verringern.

6.4 Statistischer Zusammenhang zwischen Hydrophobie, Hydrophilie und Eisadhäsion

Zur Entwicklung effektiver Anti-Icing-Technologien ist es erforderlich die Auswirkungen verschiedener Oberflächenmechanismen auf die Eisadhäsion zu verstehen. Auf dieser Grundlage können Anti-Icing-Oberflächen so designed werden, dass die Kombination der verschiedenen Wirkmechanismen die Eisadhäsion mit maximaler Wirkung eindämmt.

Die in dieser Arbeit untersuchten Oberflächen stehen stellvertretend für einige Ansätze zur Eishaftkraftreduktion, deren Effektivität anhand der gewählten Untersuchungsmethoden bewertet werden soll. Zur Bewertung der Oberflächen werden die Ergebnisse aus den Kontaktwinkelmessungen, der Bestimmung der Rauigkeiten, der optischen Analyse der Oberflächen und insbesondere die ermittelten Messwerte aus dem optimierten und evaluierten Verfahren zur Bestimmung der Eishaftkräfte im Zentrifugenmessstand herangezogen. Auf diese Weise soll das Zusammenspiel der einzelnen Einflussfaktoren auf die Stärke der Eisadhäsion genauer beleuchtet werden. Das Hauptaugenmerk bei der Bewertung dieses Zusammenspiels liegt in der Untersuchung eines möglichen Zusammenhangs zwischen der hydrophoben Eigenschaften einer Oberfläche und deren Eigenschaften in Bezug auf die Eisadhäsion. Unter Hinzunahme der gemessenen Rauigkeitskennwerte und der Kenntnis der Oberflächenstruktur wird gezeigt, unter welchen Umständen bei Anti-Icing-Beschichtungen

eine Korrelation zwischen Hydrophobie und niedrigen Eishafkräften [6] nachgewiesen werden kann.

Zur Diskussion dieses Zusammenhangs sind in Abbildung 53 die gemittelten Werte der Kontaktwinkelmessungen, sowie die Ergebnisse der Eishafkraftbestimmungen in einer Übersicht dargestellt.

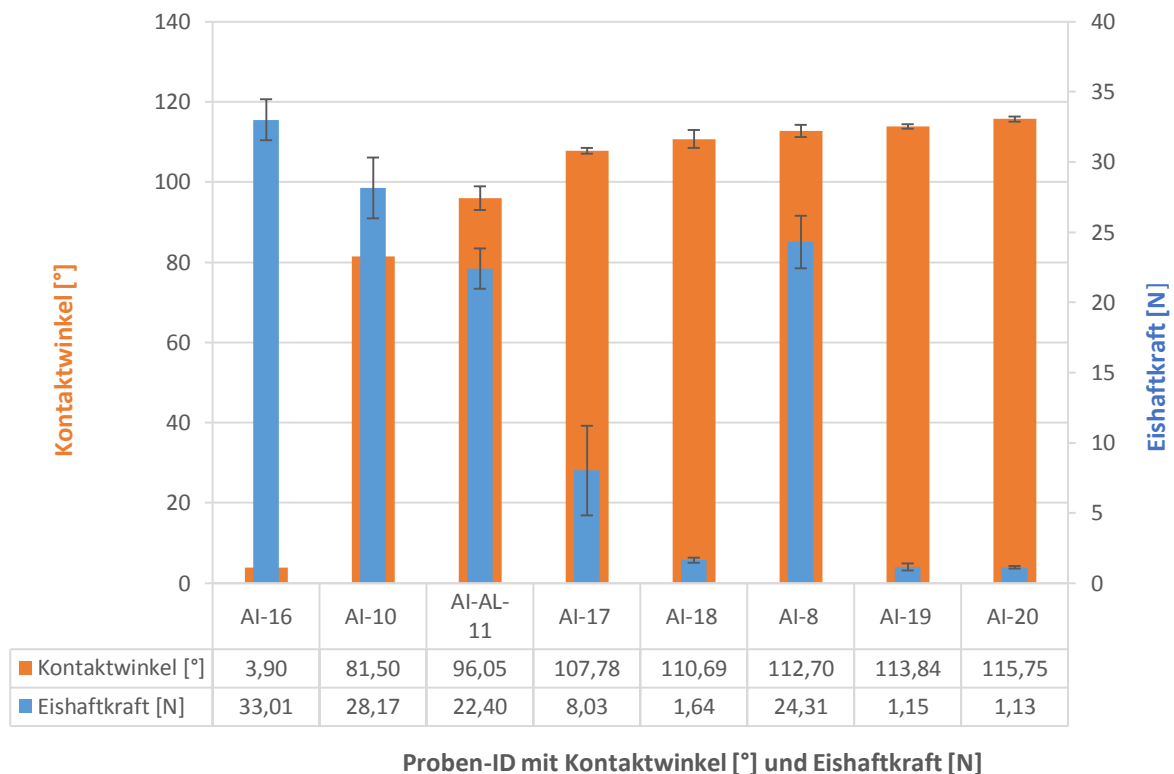


Abbildung 53: Zusammenfassung der Messergebnisse aus Kontaktwinkelmessungen und Ermittlung der Eishafkräfte (Ausgenommen Probengruppe AI-15)

Zur Verdeutlichung des Zusammenhangs der Parameter sind die Messwerte nicht wie zuvor nach der Probenbezeichnung, sondern in aufsteigender Reihenfolge der gemessenen Kontaktwinkel dargestellt. Von der Betrachtung der Relation der Benetzbarkeit und der Eishafkraft ausgenommen sind die drei mikrostrukturierten Oberflächenproben der Gruppe AI-15, die bezüglich der Betrachtung einen Sonderstatus einnehmen. Diese Proben, bei denen zwei der drei Proben die mit Abstand höchsten Kontaktwinkel aufweisen, zeigen mit Eishafkräften um 30N im Vergleich der Oberflächen einige der höchsten Ergebnisse. Dies widerspricht klar einer vermuteten negativen Korrelation zwischen Kontaktwinkel und Eisadhäsion. Eine mögliche Begründung für diesen Umstand speziell für Oberflächen, bei denen durch die gezielte Steuerung der Oberflächenstruktur versucht wird, auftreffendes Wasser im Cassie-Baxter-Stadium auf der Oberfläche zu belassen, ist bereits in Kapitel 6.3

beschrieben. Hierarchisch Strukturierte Oberflächen können demnach bei der Untersuchung des Zusammenhangs von Kontaktwinkel und Eishafthkraft nur mit unstrukturierten Anti-Icing-Oberflächen verglichen werden, wenn sichergestellt werden kann, dass beim Gefrieren ein Verzahnungseffekt des Eises auf der Oberfläche eintritt. Da dies bei den untersuchten strukturierten Oberflächen nicht der Fall ist, werden sie bei der Betrachtung des Zusammenhangs der beiden Messgrößen nicht berücksichtigt.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse aus Abbildung 53 zeigt sich allgemein ein deutlicher Trend hin zu niedrigen Eishafthkräften bei steigenden statischen Kontaktwinkeln.

Die extrem hydrophile CVD-beschichtete Pyrosil®-Probe AI-16 weist tatsächlich mit 33,01 N die mit Abstand höchste gemessene Eishafthkraft auf. Die mit einem Kontaktwinkel von 81,5° noch leicht hydrophile Probe AI-10 bestätigt diesen Trend mit der zweithöchsten gemessenen Eishafthkraft.

Die unbeschichteten Aluminiumproben (AI-AL) entsprechen mit einem durchschnittlichen Benetzungsverhalten dem Verlauf der fallenden gemessenen Eishafthkräfte in Abhängigkeit eines steigenden Kontaktwinkels. Mit 22,4N liegt die Eishafthkraft leicht über dem Messergebnis der leicht hydrophilen Probe AI-10, während der Kontaktwinkel mit 96,05° etwas höher angesiedelt ist. Bei den Oberflächen mit den nächsthöheren gemessenen Kontaktwinkeln, den hydrophoben CVD-beschichteten Pyrosil®-Proben gibt es einen Sprung in der bestimmten Eishafthkraft. Im Vergleich zu den unbeschichteten Aluminiumproben entspricht der gemessene Wert von 8,03N einem Abfall von 64%. Laut Hersteller Innovent besitzen diese Oberflächen besonders hydrophile Eigenschaft, was das Abrollen von Flüssigkeitstropfen von der Oberfläche betrifft. Der gemessene statische Kontaktwinkel liegt zwar mit 107,78° per Definition (vgl. Kapitel 3.2) nicht im superhydrophoben Bereich, die vom Hersteller geschilderten guten Abrolleigenschaften könnten die im Vergleich sehr niedrigen Haftkräfte jedoch erklären. Zudem kann anhand der Rauigkeitsmessungen und der Auswertung der Oberflächenmikroskopie festgestellt werden, dass die Oberflächen aus Gruppe AI-17 im Vergleich zur Aluminiumprobe wesentlich glattere Oberflächeneigenschaften aufweisen ($R_z = 6,44 \mu\text{m}$) und wesentlich weniger Riefen und Unregelmäßigkeiten in der Oberfläche zeigen (vgl. Kapitel 6.2).

Den Einzigen statistischen Ausreißer, der eine negative Korrelation zwischen dem Kontaktwinkel und der Eishafthkräfte nicht bestätigt, stellt Probegruppe AI-8 dar. Sie besitzt mit 112,7° einen relativ hohen Kontaktwinkel, zeigt aber gerade im Vergleich mit Probe A-17 mit durchschnittlich 24,31N um einiges höhere Haftkräfte. Eine Erklärung dieses gegensätzlichen

Verhaltens kann unter anderem in dem Ergebnis der Messungen der Oberflächenrauigkeiten gefunden werden. Mit einer gemittelten Rautiefe von $R_z = 22,15\mu\text{m}$ zeigt Oberfläche Al-8 die insgesamt rauesten Oberflächeneigenschaften. Dies wird durch die Auswertung der Mikroskopieaufnahmen bestätigt, da diese im Vergleich zu Probe Al-17 deutlich tiefere und zahlreichere Riefen und Kratzer aufweist (vgl. Kapitel 6.2). Anhand der Analyse der Oberflächenstruktur wird vermutet, dass bei dieser Probengruppe ein ähnlicher Effekt wie bei den hierarchisch strukturierten Oberflächen eintritt und sich eine mechanische Verzahnung der Eisschicht in den Vertiefungen der Oberfläche in einer Steigerung der Eishaftrkräfte auswirkt. Dies würde erklären, weshalb bei der Kontaktwinkelmessung mit einer geringen Wassermasse ein hydrophobes Benetzungsverhalten auftreten kann, sich aber bei der Aufbringung der Eisschicht eine vergleichsweise hohe Eishaftrkraft einstellt.

Den vermuteten Trend bestätigend, zeigen die Proben mit den aufgetragenen Silikonschichten, die unter Ausschluss der hierarchischen Oberflächen die im Vergleich höchsten gemessenen Kontaktwinkeln aufweisen, mit Eishaftrkräften im Bereich zwischen 1,13 und 1,64 N die deutlich geringste Eisadhäsion. Dies ist zum Teil auf den Kontaktwinkel zurückzuführen, hier kommt allerdings zusätzlich der von Golovin et al. geschilderte Effekt der erleichterten Abscherung einer Eisschicht auf eine Oberfläche mit elastischen Eigenschaften [25] zum Tragen. Die Einbringung eines Schmiermittels in eine solche elastische Oberfläche kann durch eine Verbesserung der hydrophoben Eigenschaften, die sich auch in der Kontaktwinkelmessung bestätigt, wie in Kapitel 6.3 erläutert eine weitere Reduktion der Eishaftrkraft bewirken.

Zusammenfassend ist bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben bei glatteren Oberflächen der positive Einfluss von hydrophoben Eigenschaften auf die Reduktion der Eisadhäsion grundsätzlich nachweisbar. Die statistische Auswertung dieses Effekts unter Herausnahme der abweichend, jedoch auch rauen Oberfläche Al-8, wird von jeder untersuchten Probe bestätigt. Der Zusammenhang zwischen Kontaktwinkel und Eishaftrkraft verhält sich dabei mit einem Korrelationskoeffizienten von -0,801 nur näherungsweise linear. Dies liegt zusätzlich zur reinen Betrachtung der Kontaktwinkel in den Einflüssen weiterer Einflussfaktoren, insbesondere der Oberflächenrauigkeit oder dem Abrollverhalten von Wasser auf den Flächen, begründet.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Zur Untersuchung der Anti-Icing-Eigenschaften unterschiedlicher Beschichtungen wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Prüfprogramm unterschiedlicher Beurteilungsmethoden zusammengestellt, optimiert und bezüglich der Qualität und Reproduzierbarkeit der gewonnenen Ergebnisse untersucht. Im Einzelnen wurden Kontaktwinkelmessungen zur Charakterisierung des Benetzungsverhaltens der Oberflächen herangezogen. Zur weiteren Spezifizierung der Oberflächeneigenschaften wurden Rauigkeitsmessungen und optische Analysen der untersuchten Proben durchgeführt. Den zentralen Punkt im Prüfprogramm stellt die Ermittlung und Auswertung der Eisadhäsionseigenschaften durch die Messung von Eishaftkräften mit Hilfe eines Zentrifugenmessstands dar.

Zur Entwicklung eines reproduzierbaren Verfahrens zur Eishaftkraftmessung wurden in einer Reihe von Vorversuchen geeignete Randbedingungen für die Messdurchläufe ermittelt und in Wiederholungsmessungen die Vergleichbarkeit der Messergebnisse überprüft.

Die wichtigsten Versuchsparameter, die mittels des geschilderten Vorgehens ermittelt wurden, sind eine Versuchstemperatur von -10°C , die Verwendung der Eisart Raueis und eine aufgefrorene Eisschichtdicke von ca. 3,5 mm

Die Überprüfung der Reproduzierbarkeit der gemessenen Eishaftkräfte lieferte ein insgesamt gutes Ergebnis. Innerhalb eines Versuchsdurchgangs treten bei den zur Messevaluierung herangezogenen Aluminiumoberflächen grundsätzlich Standardabweichungen von deutlich unter zehn Prozent auf. Über die Versuchsreihen hinweg konnten leichte Schwankungen der Ergebnisse festgestellt werden. Die parallele Vermessung der Testoberflächen zeigte jedoch, dass sich das Benetzungsverhalten der Testoberflächen im Laufe der Versuche allerdings ebenfalls ändert, sodass davon auszugehen ist, dass die Oberflächen nicht bei jedem Testdurchlauf exakt die gleichen Eigenschaften aufweisen. Die unbeschichteten Aluminiumoberflächen scheinen, wie die Messungen zeigen sensibel auf äußere Beeinflussungen zu reagieren. Eine Wiederholung mit einer beschichteten Probe lieferte über die Versuchsreihen hinweg konstante Messergebnisse.

Bei der Ermittlung der Versuchsparameter zeigten bei der Variation der Randbedingungen große Auswirkungen auf die gemessenen Eishaftkräfte. Die gemessenen Haftwerte sind dabei besonders von der gewählten Versuchstemperatur und der Art der Eisherstellung bzw. des Eistyps abhängig. Bei niedrigeren Temperaturen wurden größere Eishaftkräfte gemessen, während bei dem hergestellten Klareis die Haftkräfte unterhalb der gemessenen Werte für eine raueisähnliche Eisschicht mit Lufteinschlüssen lagen. Dieser Umstand führt zur Schlussfolgerung, dass Messwerte, die mit verschiedenen Messmethoden zur

Eishafkraftbestimmung ermittelt werden, kaum zu vergleichen sind, da die Veränderung eines Versuchsparameters schon große Auswirkungen auf die Absolutwerte der Messergebnisse haben kann. Bei der Anwendung des in dieser Arbeit beschriebenen Messverfahrens zur Eishafkraftermittlung ist es daher zwingend erforderlich bei jedem Versuchsdurchlauf exakt die gleichen ermittelten Versuchsparameter einzuhalten.

Eine mögliche Verbesserung der Messmethode besteht in der Implementierung von Messsensorik in den rotierenden Rotor, damit während des Versuchs die an der Probe herrschenden Bedingungen kontrolliert und dokumentiert werden können. Eine Möglichkeit zur Probentemperaturmessung beispielsweise ist im derzeitigen Versuchsaufbau während des Betriebs nicht möglich. Zu diesem Zweck wurde der im Anhang dargestellte Probenträger zur Aufnahme der ursprünglichen Probengeometrie konstruiert, der die Aufnahme eines Telemetriesystems zur Übermittlung von Temperatur- Luftfeuchtigkeits- und Beschleunigungsdaten aus unmittelbarem Probenkontakt vorsieht. Die Ausführung der Integration dieser Messtechnik stellt für die Zukunft eine Verbesserung der Kontrolle der Versuchsbedingungen dar.

Die gewählte Gefriermethode zur Eisschichtherstellung entspricht nicht vollständig den in der Realität vorherrschenden Vereisungsbedingungen an Luftfahrzeugen und Windkraftanlage, da diese dort im umströmten Zustand gefrieren. In dieser Arbeit wurde diese Einschränkung zur Erreichung gut reproduzierbarer, vergleichbarer Eishafkraftmessungen in Kauf genommen. Es sind allerdings weitere Versuche denkbar, bei denen das Gefrierverfahren realitätsnäher gestaltet wird. Hier ist allerdings darauf zu achten, dass eine klar definierte Eisschichtgeometrie mit immer gleicher Grundfläche beibehalten wird und klar umrissene, reproduzierbare Vereisungsbedingungen eingehalten werden.

Bezüglich der Charakterisierung der betrachteten Oberflächen ergeben sich aus den Oberflächeneigenschaften sehr unterschiedliche Messergebnisse für die Eishafkräfte. Für glatte Oberflächen konnte ein negativ korrelierter Zusammenhang zwischen den hydrophoben Eigenschaften und der gemessenen Eishafkräfte bestätigt werden.

Beim Einfluss der Oberflächenrauigkeit zeigte sich, dass die in dieser Arbeit betrachteten rauen Proben dazu neigen höhere Eishafkräfte auszubilden, da sich die Eisschicht während des Gefriervorgangs mechanisch in den Oberflächenvertiefungen verzahnen kann. Dieser Effekt bewirkt zumindest bei den in dieser Arbeit untersuchten mikrostrukturierten Oberflächen, dass sich die zuvor sehr hohen gemessenen Kontaktwinkel nicht positiv auf die Reduktion der Eishafkraft auswirken, da der Cassie-Baxter-Benetzungszustand während des

Gefriervorgangs vermutlich nicht anhält. Aus diesem Grund ist es fraglich, ob sich diese hierarchischen Strukturen für den Einsatz an Flugzeugoberflächen oder an den rotierenden Schaufeln eines Windkraftwerkes eignen, da dort die Wassertröpfchen zusätzlich mit einer teils sehr hohen kinetischen Energie auftreffen. Um die Vorzüge der superhydrophoben Eigenschaften von mikro- und nanostrukturierten Oberflächen und deren Auswirkung auf eine mögliche Reduktion von Eishaftkräften weiter zu erörtern, könnten in zukünftigen Versuchen deutlich feinere Mikrostrukturen, als in dieser Arbeit verwendet werden, da diese evtl. das Einsinken des Wassers in die Oberflächenstruktur während des Gefriervorgangs vermeiden.

Bei den Proben mit starrer Oberfläche wies eine mit dem Pyrosil®-Verfahren beschichtete hydrophobe, glatte Oberfläche mit einer durchschnittlichen Haftkraft von 8 N die niedrigsten Eishaftkraftmesswerte auf. Der neue Ansatz der Verwendung von Oberflächen mit elastischen Eigenschaften zur Eishaftkraftreduktion zeigte sich in den Untersuchungen als vielversprechende Innovation und wies die mit Abstand geringsten Eishaftkräfte in Größenordnungen zwischen 1-2 N bei einer Kontaktflächen von 8 mm x 8 mm zwischen Eisschicht und Testoberfläche auf.

Literaturverzeichnis

- [1] U. S. Department of Transportation Federal Aviation Administration, „Advisory Circular 91-74B,“ 2015.
- [2] arosecure, „arosecure.de,“ 2007. [Online]. Available: <http://www.aerosecure.de/presse/aerosecure-bericht-wetter.pdf>. [Zugriff am 03.04.2016].
- [3] Bundesverband der deutschen Luftverkehrswirtschaft, „Energieeffizienzreport 2015,“ 2015. [Online]. Available: <http://www.bdl.aero/de/veroeffentlichungen/energieeffizienzreport/>. [Zugriff am 03.04.2016].
- [4] D. Scholz, „FZT Hamburg,“ [Online]. Available: http://www.fzt.haw-hamburg.de/pers/Scholz/materialFS/FS_Skript_9-EisUndRegenschutz.pdf. [Zugriff am 04.02.2016].
- [5] C. Laforte und A. Beisswenger , „Icephobic Material Centrifuge Adhesion Test,“ 2005. [Online]. Available: <http://www.uqac.ca/amil/en/publications/papers/IW53-CAT.pdf>. [Zugriff am 15.04.2016].
- [6] C. Antonini, M. Innocenti, T. Horn, M. Marengo und A. Amirfazli, „Understanding the effect of superhydrophobic coatings on energy reduction in anti-icing-systems,“ *Cold Regions Science and Technology* 67, pp. 58-67, 2011.
- [7] C. Laforte, J. Laforte und J. Carriere, „How a Solid Coating Can Reduce the Adhesion of Ice on a Structure,“ *IWAIS Vol.6*, 2002.
- [8] K. Siegmann, M. Hariyama und A. Kaufmann, „Anti-freeze Beschichtungen für Rotorblätter von Windenergieanlagen,“ Bundesamt für Energie, Forschungsprogramm Windenergie, 2006.
- [9] „www.npage.de,“ [Online]. Available: <http://kratzeis1.npage.de/eis.html>. [Zugriff am 05.04.2016].
- [10] W. Fellin , Einführung in Eis-, Schnee- und Lawinenmechanik, Innsbruck: Springer-Verlag, 2013.

- [11] R. Gent, N. Dart und J. Cansdale, „Aircraft Icing,“ *The Royal Society Mathematical, Physical and Engineering Science*, pp. Vol.358, No. 1776, 2873-2911, 2000.
- [12] T. Vukits, „Overview and Risk Assessment of Icing for Transport Category Aircraft and Components,“ *Reno, Nevada: American Institute of Aeronautics &*, 2002.
- [13] Langley Flying School Inc., „Meteorology - Part II (Active Weather),“ [Online]. Available: <http://www.langleyflyingschool.com/Pages/PPL%20GS%20Weather,%20Active.html>. [Zugriff am 03.02.2016].
- [14] FAA, Federal Aviation Administration, „AC Note 91-74A,“ 2007.
- [15] N. Klußmann und A. Malik, Lexikon der Luftfahrt, Bd. 3. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2012.
- [16] S. Pavlow, „National Oceanic and Atmospheric Administration NOAA,“ 2016. [Online]. Available: http://www.crh.noaa.gov/Image/lmk/Brian%20S/LMK_Icing_Show.pdf. [Zugriff am 13.05.2016].
- [17] A. Dotan, H. Dodiuk, C. Laforte und S. Kenig, „The Relationship between Water Wetting and Ice Adhesion,“ *Journal of Adhesion Science and Technology* 23, pp. 1907-1915, 2009.
- [18] P. De Gennes, F. Brochard-Wyart und D. Quéré, Capillarity and wetting phenomena: Drops, Bubbles, pearls, waves, New York, Berlin, Heidelberg: Springer, 2004.
- [19] H. Immink, „Superhydrophobe Oberflächen: Funktionserhaltung durch Regeneration,“ Bonn, 2009.
- [20] D. Quéré, „Wetting an Roughness,“ *Annual Review of Materials Research*, pp. 71-99, 2008.
- [21] S. Dallmann, „Dissertation: Reinigung superhydrophober Oberflächen,“ 2011. [Online]. Available: <https://eldorado.tu-dortmund.de/bitstream/2003/29168/1/Dissertation.pdf>. [Zugriff am 15.04.2016].
- [22] M. Callies und D. Quéré, „On water repellency,“ *Soft Matter Nr. 1*, pp. 55-61, 2005.
- [23] I. A. Ryzhkin und V. F. Petrenko, „Physical Mechanisms Responsible for Ice Adhesion,“ *The Journal of Physical Chemistry B*, pp. 6267-6270, 1997.

- [24] S. Alansatan und M. Papadakis, „Experimental Investigation of Ice Adhesion,“ *SAE Technical Paper Series*, 20.04.1999.
- [25] K. Golovin, S. P. R. Kobaku, D. H. Lee, E. T. DiLoreto, J. M. Mabry und A. Tuteja, „Designing durable icephobic surfaces,“ *Science Advances Vol.2 No.3*, 2016.
- [26] L. Raraty und D. Tabor, „The adhesion and strength properties of ice,“ *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, pp. 245(1241):184-201, 1958.
- [27] H. Jellinek, „Adhesive Properties of Ice. Part II,“ *Technical report, DTIC Document*, 1960.
- [28] W. Bascom, R. Cottington und C. Singleterry, „Ice adhesion to hydrophilic and hydrophobic surfaces,“ *The Journal of Adhesion*, pp. 1(4):246-263, 1969.
- [29] A. Reich, „Comparison of rime and glaze deformation and failure properties,“ *29th Aerospace Sciences Meeting, number AIAA-1991-446*, 1991.
- [30] R. Scavuzzo, M. Chu und C. Kellackey, „Impact ice stresses in rotating airfoils,“ *Journal of Aircraft* 28.7, pp. 450-455, 1991.
- [31] C. Blackburn, C. Laforte und J. Laforte, „Apparatus for measuring the adhesion force of a thin ice sheet on a substrate.,“ *Anti-Icing Materials International Laboratory and University of Quebec at Chicoutimi*, 2000.
- [32] M. Javan-Mashmool, C. Volat und M. Farzaneh, „A new method for measuring ice adhesion strength at an ice-substrate interface,“ *Hydrological process*, 21(7):075701 2006.
- [33] J. Drelich, „Guidelines to measurements of reproducible contact angles using a sessile-drop technique,“ *Surface Innovations* 1.4, pp. 248-254, 2013.
- [34] V. Eigenbrod, Dissertation: Superhydrophobe Oberflächen mit Fluoropolymeren in hierarchischen Strukturen, Braunschweig: Fraunhofer Verlag, 2010.
- [35] F. Ströer, J. Seewig und F. Depiereux, „Rauigkeitsmessung taktil oder optisch? Vergleichbare Ergebnisse,“ *QZ Qualität und Zuverlässigkeit*, pp. 70-72, 05/2014.

- [36] Atos, „Optischer Profiler Plu2300,“ 2005. [Online]. Available: http://www.qe-online.de/artikelarchiv/-/journal_content/56/12275/406032/Optischer-Profiler-Plu2300/. [Zugriff am 04.04.2016].
- [37] B. Bertsche, „Oberflächenbeurteilung Rauheitsmessung,“ 2016. [Online]. Available: http://www.ima.uni-stuttgart.de/pdf/studium/bachelor/dt/spezialisierungsfachversuche/HFV_Oberflaechenbeurteilung_2012.pdf. [Zugriff am 06.06.2016].
- [38] H. Jellinek, „Adhesive Properties of Ice,“ *Journal of Colloid Science* 14, pp. 268-280, 1959.
- [39] E. Hornbogen und B. Skrotzki, Werkstoff-Mikroskopie: direkte Durchstrahlung mit Elektronen zur Analyse der Mikrostruktur Vol.11, Springer-Verlag, 2013.
- [40] Sator, Plu Confocal Imaging Profiler Usermanual Plu Software Version 1.8.
- [41] E. Hering, R. Martin und M. Stohrer, Physik für Ingenieure 11. Aufl., Berlin: Springer-Verlag, 2012.
- [42] S. Kranius, „Effect of drop volume on static contact angles,“ 2004. [Online]. Available: https://www.kruss.de/fileadmin/user_upload/website/literature/kruss-tn310-en.pdf. [Zugriff am 05.04.2016].
- [43] Krüss GmbH, „Praxis der Kontaktwinkelmessung (2),“ 2007. [Online]. Available: https://www.kruss.de/fileadmin/user_upload/website/literature/kruss-tn312-de.pdf. [Zugriff am 03.04.2016].
- [44] Wacker Silicones, „RTV-2 Siliconkautschuke verarbeiten,“ [Online]. Available: http://www.wacker.com/cms/media/publications/downloads/6020A_DE.pdf. [Zugriff am 04.06.2016].
- [45] G.-W. H.-. u. L. GmbH. Patent EP 0 453 809 B1, 1993.
- [46] B. Stauffer, „Mechanismen des Lufteinschlusses in natürlichem Eis,“ *Zeitschrift für Gletscherkunde und Glazialgeologie*, pp. Band 17, Heft 1, S. 17-56, 1981.
- [47] M. Skrowny, „Genauigkeit und Wiederholbarkeit der Messung der Eisadhäsionsfestigkeit in einem Zentrifugenprüfstand,“ Technische Universität Braunschweig, 2015.

- [48] A. Kraj und E. Bibeau, „Icing characteristics and mitigation strategies for wind turbines in cold climates. Diss.,“ 2007.
- [49] E. Broszeit und M. H. Gabrie, „Beschichten nach dem CVD-Verfahren,“ *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 11.1, pp. 31-40, 1980.
- [50] Fraunhofer IST, „Produktblatt: Verschleißfeste Antihafschichten,“ [Online]. Available: http://www.ist.fraunhofer.de/content/dam/ist/de/documents/produktblatt/Produktblatt-F_Antihafschichten_de.pdf. [Zugriff am 10.06.2016].
- [51] F. IGB, „Plasma functionalization of foiles and technical textiles with,“ [Online]. Available: <http://www.igb.fraunhofer.de/content/dam/igb/en/documents/publications/ROWO.pdf>. [Zugriff am 10.06.2016].

Anhang

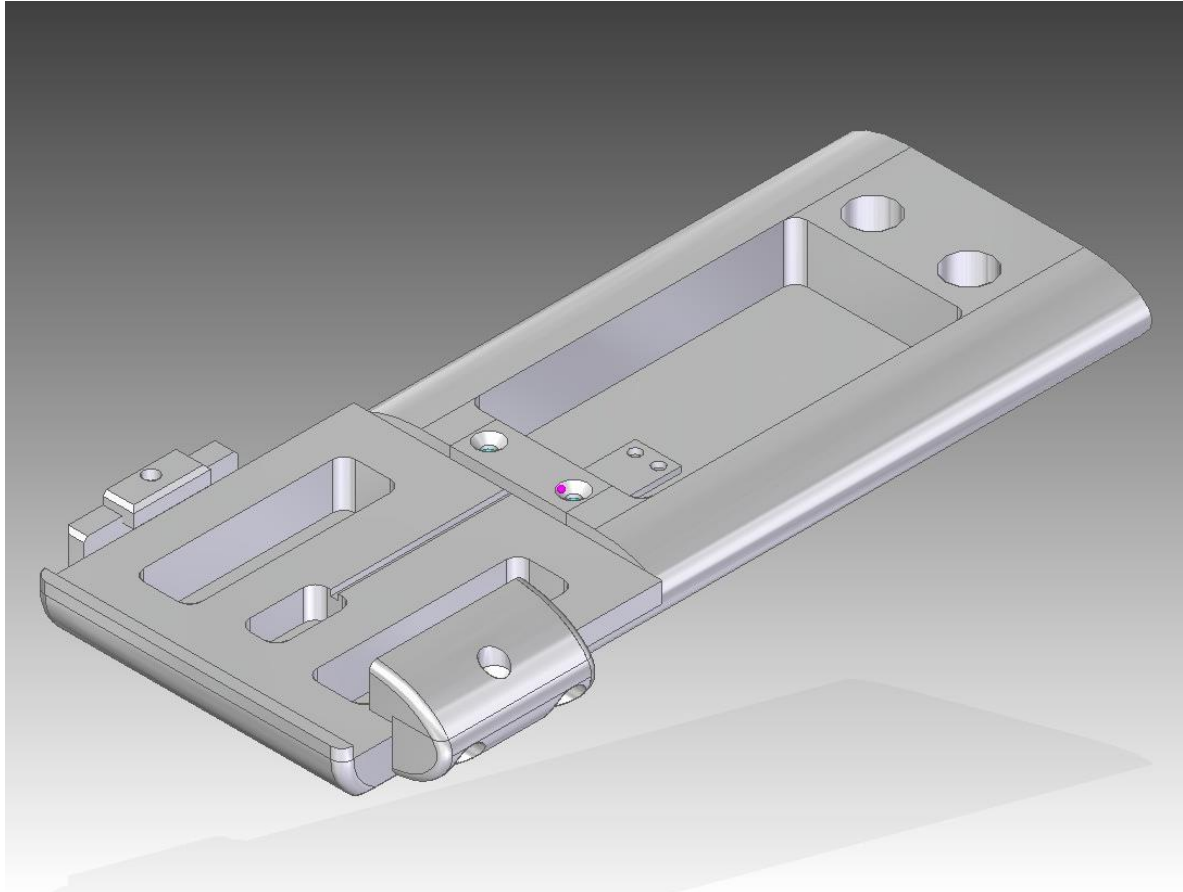
Rohdaten zu den Messungen des Zeiteinflusses auf den Kontaktwinkel

Seite 1 von 1

Ergebnisse		
Zeit [s]	Kontatwinkel [°]	Volumen
10s	98,8	14,319
60s	98,25	14,12
120s	97,45	13,921
180s	96,75	13,673
240s	96,15	13,458
300s	95,5	13,235
360s	94,85	13,025
420s	94,2	12,813
480s	93,5	12,599
540s	92,8	12,39
600s	92,1	12,177

Proben - ID	Kontakt- winkel [°]	Standard- abweichung [°]	Eishafkraft [N]	Standard- abweichung [N]	Schubspannung [Mpa]
Al-AL-(1-21)	96,05	2,95	22,40	1,44	0,35
Al-8	112,70	1,50	24,31	1,86	0,38
Al-10	81,50	4,70	28,17	2,16	0,44
Al-15-3-2	141,50	0,60	30,48		0,48
Al-15-3-3	112,20	1,20	23,68		0,37
Al-15-3-7	122,30	7,30	29,46		0,46
Al-16	3,90	0,00	33,01	1,47	0,52
Al-17	107,78	0,66	8,03	3,19	0,13
Al-18	110,69	2,25	1,64	0,17	0,03
Al-19	113,84	0,61	1,15	0,27	0,02
Al-20	115,75	0,65	1,13	0,10	0,02

Proben - ID	Rz [µm]	Rzmax [µm]	Ra [µm]	Rq [µm]
Al-AL-(1-21)				
Al-8	22,15	45,13	1,50	2,04
Al-10	8,24	15,02	0,46	
Al-15-3-2				
Al-15-3-3				
Al-15-3-7				
Al-16	5,66	6,83	0,69	0,86
Al-17	6,44	8,36	0,73	0,93
Al-18				
Al-19				
Al-20				



Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Diplomarbeit „Methoden zur Charakterisierung von Anti-Icing-Oberflächen“ selbstständig verfasst, sowie die benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben habe und die Arbeit nicht bereits als Prüfungsarbeit vorgelegen hat.

Braunschweig, den 29.07.2016



Jan Hendrik Rennies, Menzelstraße 9, 38106 Braunschweig